

THE HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

WINTER 1975
VOL. 18 NO. 4

目 次

巻 頭 言

科学機器工学とエンジニアの立場
..... 南 茂夫 1

報 文

植物試料のための導電染色法.....
—X線微小部分析とマニプレー
ティングへの応用—..... 久能 均
渡部忠雄 山田満彦 永谷 隆 3
163形 日立ガスクロマトグラフに
よる胆汁酸の分析.....
..... 田爪正気 八田重男 7
衛生化学領域における無炭原子吸
光分析の応用..... 佐藤 彰 10
200シリーズ日立ダブルビーム分
光光度計とその応用例.....
..... 遠山恵夫 根本 勲
倉橋 徹 小森律夫 栗本宏三 14

トピックス

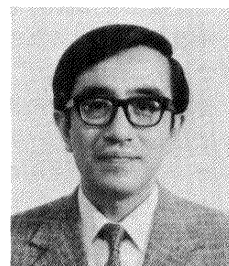
S-500形 日立高分解能走査電子顕
微鏡..... 17
S-310形 日立走査電子顕微鏡..... 17
R-24B形 日立高分解能核磁気共鳴
装置..... 18
002形 日立GC/MSデータ処理シス
テム..... 18
100-50/60形 日立ダブルビーム分
光光度計 9
170-10/30形 日立原子吸光/炎光
分光光度計..... 13
164形 日立ガスクロマトグラフ..... 19
600形 日立自動分析装置による水
質分析..... 19
703形 日立酵素反応速度測定装置..... 20

巻 頭 言

U.D.C. 681.2: [5:001.891/.892]

科学機器工学とエンジニアの立場

南 茂夫*



最近知識集約形あるいは省資源形産業として、わが国の体質に適合したもののひとつとされている理化学機器工業と、それに携わっているエンジニアの姿を楽屋裏から眺め、機器を使う方々の参考に供したい。

科学機器工学という名の工学

科学機器は、理化学測定器を中心に自然科学における法則性を実証する道具として発達し、研究者によって自作されるかあるいは研究者を対象として市販されてきた。そのため、測定器は極めて高感度・高精度のものが多く、操作性・安定性・価格などは二の次にされていたといっても過言ではない。しかし、化学分野においては、物質を解析するための基礎測定のひとつに定性・定量分析がある。これらは直接物質の生産と繋がっているため、その関連機器は早くから実用面をも考慮して開発が行われ、いわゆる分析機器と称されて発展してきた。また、最近この分野では物質状態に関する情報も重視されるようになり、状態分析という言葉が出現したが、この中には従来物理分野において微視的な物質情報の取得という意味で用いられてきた物理分析という言葉と共通した部分が含まれている。

以上のように、研究段階における道具として発達してきた理化学測定器は、現在では、もちろん本来の使命を失っていないうえに、さらにそれに加えて、物質情報の取得という事がらを中心に広く産業界で重視されるようになってきていることは周知のとおりである。このように科学機器はある程度の特殊性をもちながらも、かなり高級なものまでが広く普及しつつあることは確かであり、その生産は先進国を対象とした輸出品目の一翼を担う産業のひとつとして、今後ますます重要な立場におかれることは疑いない。現在、科学機器製造が工業分野において占める位置は、精密機器あるいは電気機器産業の一部としてであるが、単に多品種少量生産という点ばかりでなく、メーカーならびにユーザー側から見ても種々の面で特殊性をもっていることは明らかであり、科学機器工学という独立した技術分野を定義したゆえんもそこにある。

先ずそれを支えるエンジニアであるが、彼らに課せられる必要条件は万能さという点においてかなり厳しい。これは個々の装置がどちらかというと小規模であり、また多様性をもつということに基づいている。特に開発・設計者は物理・化学の基礎知識を身につけていると同時に、分光・電子物理学・放射線物理化学・分析化学など装置構成上の主体分野に精通し、そのうえ装置を具体化するについての光学あるいは電子光学設計・機械設計・自動制御・エレクトロニクス・真空技術・コン

* 大阪大学 工学部 応用物理学教室 助教授、工博、日本分光学会会長



コンピュータ技術などに関する広い能力をもたなくてはならない。精密工作法や工業材料、特に後者の中でも化学機械用材料に関する知識も必須であろう。上述した個々の理解もさることながら、それにもまして必要なのは、これらの知識を融合していかに目的に合ったシステムを組立てるかということである。最近になって学際的エンジニアの養成ということから、大学院の再編成などが行われ始めているが、それよりも学部・学科の壁を取除き、適当な助言者のもとに、少数でもよいから科学機器工学志向の人材を養成すべきではないかと考える。

道具作りの苦しみと楽しみ

科学機器の特殊性は対象ユーザー層を考えてみても明らかである。高度な機器の多くが、アカデミックな分野でいわゆる真理探求の道具として、また実用分析機器が各種産業や医学分野などで管理計測に、かなりハイレベルのトレーニングを受けた人々によって使われている。この事実は科学機器の輸出先のほとんどが、現在のところ先進諸国であることから想像できる。したがって、機器エンジニアとして接触する顧客層のレベルは限定され、前述した広範な知識とともにある程度アカデミズムを解することも必要である。

それらを含めて考えると、この分野でのエンジニアの条件は全く厳しいの一語に尽きるが、開発のプロジェクリーダーの立場はさらに大変である。アカデミズムにいさかかでも郷愁を感じる部下は、自己の開発した道具で知識欲を満たすために深入りするであろうし、また受けた教育や蓄積した経験を元手に利息で食っていこうとする部下は全く使いものにならない。そのうえ、大形プロジェクトでもなく、少品種多量生産を目的としたものでもないから、各技術分野のベテランを集めて強力な協力態勢をとることもむずかしい。科学機器工学の分野は、どちらかといえば個人プレイが効果的であることも多いからである。また、高度な科学機器は多少なりとも芸術的色彩をもっていると考えてもよい。開発者の創造力が比較的具象化され易いし、使用者も最高の性能を引出すべく細心の注意を払って取扱うのが常である。このようなことから、開発過程において、量産品種と同じくエンジニアをスケジュールでがんじがらめにしても、効果は挙らない。時には、創造性と趣味性を生かすためのあそびやむだを容認することも必要であろう。

とはいっても、プロフェッショナルとして直接開発に携わるエンジニアに甘えは禁物である。課せられる条件の厳しさは前述したとおり、常にユーザーと一体となって自己啓発をおろそかにしてはならない。ひとつの機器の不調が工場全体の生産を止めることがあるということは、開発者自身よく知っていることであるが、真理の探求に用いられる科学機器でも同じことがいえる。学問の世界で理論屋の創造である理論体系は、たとえ将来崩れたとしてもそれなりの意味はあるが、実験屋の取ったデータが将来全く崩されてしまうようでは話にならない。実験屋の公表した一本のカーブが、彼の研究者としての生命を奪い去ってしまうこともあり得ると考えるとき、道具屋の責任たるや真に重大である。

このような科学機器エンジニアの責任や苦しみもさるこ

とながら、その楽しみは何といっても各自の創意工夫がかなり生かされ、それが製品として直ちに具体化される点であろう。多分大企業の組織の中のひとつの歯車という意識は彼らには極めて少ないはずである。アカデミックな雰囲気の中で研究者とともに仕事をすることも多いが、飽くまで道具屋は道具屋としてのプロ意識に徹し、ユーザーに少しでも満足して貰う機器の開発と普及に心掛けるべきであろう。わが国では Rev. Sci. Instr. に類する学会誌が定着しがたいといわれる。学者と技術者の間のでき損いが、いつまでも科学機器を開発していたのではこの点でもお先真っ暗というほかはない。

道具作りから見た道具の選び方 5 個条

いささか自己批判めいた内容が続いたので、次に老婆心ながら物作りの側から見た機器の選び方を個条書にしてみたい。

(1) 安物買いのゼニ失い

これはどのような道具を買うにしてもいわずと知れたことである。焦点距離・分解能・感度など主要なカタログ性能が同じであれば、先ずは安いものに目が向くのは当然であろう。しかし、最近までこの何兵衛が作った機械というのが持てはやされたのが科学機器の世界である。外見は同じでも、部品の仕上げ、マウントの仕方などにメーカー独自のノウハウが隠されている。特に、案外見過されるのが機械部分であり、高いものはそれ相応の性能永続性をもっていると考えてよい。安物はこういった点に弱点があることを覚悟のうえで使うべきであり、トラブルが起きたからといってメーカーに苦情を持込むのはお門違いである。カメラや家電製品ではよく承知している人でも、科学機器になると盲になるときもある。元来が研究者用から出発した道具、いささか神秘性をもって迎えられることにもよるのであろう。

(2) カタログは見合の釣書と思え

科学機器の中でも、計測器は高感度・高精度のものが多く、出力データを微妙に左右するパラメーターを抑えるうえで未知の面がかなりある。研究者は100回の実験中1回よいデータが出れば堂々と学会で発表できるが、メーカーでは1回でも悪いデータが出ればその機器は完成したといえない。カタログ値を公表するに当たって開発者が一番苦心するのはこの点である。良心的なメーカーのカタログは信用し得ると断言できるし、時にはカタログ値より良いデータが得られる場合もある。ただし、同じ機種を使用した他人のデータが自分のよりよいからといってメーカーを責めるのは酷であり、カタログ値内に入れば十分と考えなければならない。

ただ、エンジニアは正直でカタログには嘘を書かないが、逆に不都合な点も書かないことを知るべきであろう。メーカーも競争に打ち勝たなければならないから、カタログにはセールスポイントが大活字で強調してある。大体において価格に大差がなければ、よい点の裏には悪い点が隠されていることも多く、性能（操作性をも含めて）不確定性原理が成立つようである。ユーザーは、メーカーの強調している点が自分の目的とほぼ一致する場合はともかく、そうでない時にはカタログに書かれていない点を掘下げて聞き

出すべきである。

(3)学会で生みの親をつかまえよ

科学機器の特殊性については既述したが、この分野では自信のあるメーカーほど学会活動へのエンジニアの動員率も大きい。展示会では機器の概要を把握するにとどめ、学会講演会などで開発者をつかまえて話すと、カタログにない面などが自ずと判明することがある。開発者への質問としては、同種他社製品についての比較を求めればよい。他社製品のよい点を褒めながら自社製品の特長を巧みに説明し、ともに考えていく姿勢をもつ人間なら開発者としても一流である。いやしくもエンジニアたるもの、団地の主婦向きのセールスマンとは違うはずである。

(4)第1号機を買えば得

これは現場でルーチンワークに用いる機器には当てはまらないかも知れないが、少なくとも研究用機器であればほぼ間違いなくいえるであろう。“第1号機は買うべきではない”というユーザーの言葉をよく耳にするが、これは“人よりも早く新しい結果を”という期待が大き過ぎるためであり、それには多少のリスクを冒さねばならないことは当の本人もよく知っている。第1号機に対しては開発者も非常な情熱と愛着と自信をもっていることは確かであり、ユーザーの身になって協力してくれることは間違いない。大体において、メーカーが継続して生産しようとする機種は、多少の手直しがあってもその後大きな変更を行わないのが

常である。ある期間後改良形が出るにしても、贅肉が取去られたり操作性がよくなっているなどであり、開発者がユーザーとともに手直した第1号機の本質的な性能を上回することは余りない。むしろ、その間、人間を通じての無形の繋がりの中で生れたデータは、またとない貴重なものとなるはずである。

(5)アタッチメントが豊富なほど本体も安心

“日本の機器は本体が完成した段階で製品として公表される点全く不思議である”と友人である海外メーカーの機器開発仲間からよく批判を受ける。確かに欧米の製品はかなり広範囲の応用付属品が出そろってから発表されることが多いようである。これはメーカー側での新製品に対するビジョンの高さの現われであり、またソフトウェアを極めて重視している証拠でもある。応用付属品が豊富であることは、本体自身についてもそれだけ多くの試作・試用が行われたわけであり、その性能も、十分信頼するに足るといえる。大形の研究用機器ならいざ知らず、ルーチンワーク用の機器を選択するうえでの一つの目安としてよいであろう。

以上、取急いで私見を披露したが、甚だ勝手な言い分ばかりであり、大方のお叱りを受けること必定であろう。大学に籍を置く道具作りの独語としてお目こぼしをいただければ幸である。

報 文

U.D.C. 581.086.3.086.15::537.311.31

植物試料のための導電染色法

——X線微小部分分析とマニプレーティングへの応用*——

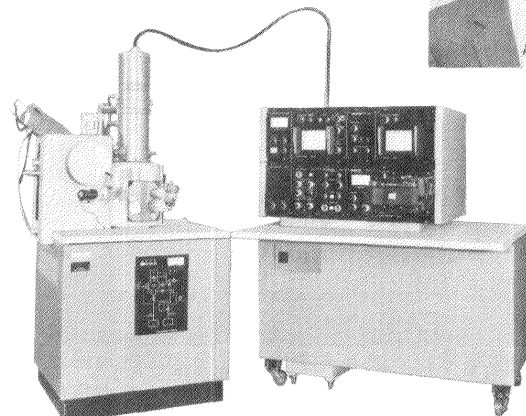
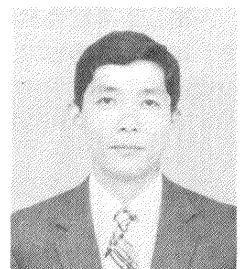
久能 均** 渡部 忠雄*** 山田 満彦**** 永谷 隆*****

はじめに

走査電子顕微鏡（以下「SEM」という）が、生物の微細構造究明に果してきた役割は極めて大きい。SEMが実用化された当初は、専ら生物、金属などの表面構造観察に用いられたが、種々の付属装置の開発や新しい試料作製法の考案によって、現在では細胞、組織の断面や内部構造の観察にも用いられるようになった。SEMで生物の表面構造ばかりでなく、その内部構造を観察する試みは、従来の透過形電顕の結果と照らし合わせるために極めて重要な意味をもっている。最近、日立によって開発されたマイクロマニプレータは、試料の二次電子像を見ながら、SEM内に取付けられたタングステンの針によって試料の解剖ができるユニークな装置である。また、X線マイクロアナライザ（以下「X線分析」という）の登場は、SEMで実際に像を観察しながら、その試料の局所の元素分布を測定することを可能

にした。これは形態学と生化学を結び合わせた手法であり、今後、一層その重要性が増すであろう。

このように SEM の用途が多様化してくるにつれて、その試料作成法は単に生物の表面構造保持ばかりで



HXM-2X形 日立微小部走査X線分析装置

* 三重大学 農学部 植物病理学講座 業績No. 24
** 三重大学 農学部 植物病理学講座 PH. D. 農博
*** 日立製作所 那珂工場 電装部
**** 日立製作所 那珂工場 応用技術部
***** 日立製作所 那珂工場 電装部 主任技師、理博

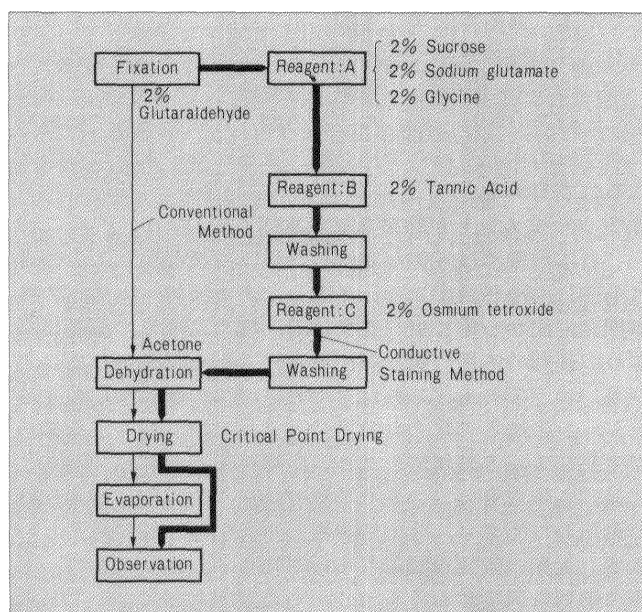


図1 動物試料のための導電染色法²⁾

はなく、試料全体の導電性とか電子線に対する強度などの条件が要求されるようになった。

1974年に村上¹⁾によって開発され、渡部²⁾らによって確立された導電染色法は、このような条件を満たす試料作製法として注目を集めているが、植物に応用するには、二三の難点がある。そこで著者らは、導電染色法を植物材料に応用する方法を検討してみた。

渡部らの原法をそのまま植物葉に応用した場合、表面構造はよく保存されたが、試料作製過程で次のような欠点が現われた。

- 1) 植物葉は、主にセルロースから成る硬い細胞壁をもち、また、葉の表面は、ワックス、クチクラなどの疎水性物質で覆われているので動物組織より固定剤などの浸透が悪い。したがって、原法どおりでは試料のごく一部しか導電性が与えられない場合が多い。
- 2) 試料作製過程で、多量の葉緑素が流出してくる。この流出現象は、単に葉緑素のみにとどまらず、他の元素、化合物なども同時に流出していることを示唆している。作製試料を用いて、元素のX線分析をしようとする場合には、このような物質の流出は、とりもなおさず、元素の移動を示しているから極めて具合が悪い。

葉緑素の流出は、ある程度他の元素、化合物の流出と相関していると推定されるので、導電染色法のひとつひとつの過程について、葉緑素の流出を指標にし、できるだけ物質の移動の少ない方法を検討してみた。

1. 固定剤、試薬の検討

葉緑素は、主にクロロフィルaとクロロフィルbとから成っており、前者は波長420nm、後者は440nmにその最大吸収値をもっていることが知られている。

本実験では所定量のオオムギ葉の小片を一定量の固定剤、試薬に浸漬し、一定時間後にその小片を取除いて固定剤または試薬中の葉緑素を101形日立分光光度計で測定した。

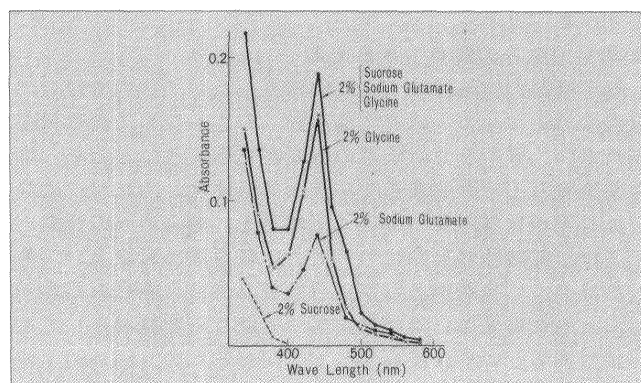


図2 試薬Aの成分別による葉緑素流出
440nm附近のピークは葉緑素量を示す。

(1) 試薬Aの成分別のクロロフィル流出

原法のとおり実験を行うと、試薬Aで多量の葉緑素流出が起るので、まず第一に試薬Aの成分別に葉緑素の流出を検討した。図2は、葉小片を2%グルタルアルデヒドで2時間固定し、2%の蔗糖、グリシン、グルタミン酸ソーダの混液、2%グリシン、2%グルタミン酸ソーダ、2%蔗糖にそれぞれ浸漬して、2時間後にそれぞれの液中での葉緑素量を測定した結果である。図から明らかなように、2%の混液、2%グリシン、2%グルタミン酸ソーダで、440nmにピークが認められるが、2%蔗糖では440nmのピークは認められない。したがって、葉緑素流出に関与しているのは、グリシンとグルタミン酸ソーダだと明らかになった。

(2) 試薬Aの濃度

次に、試薬Aの濃度をどこまで希釈すれば葉緑素の流出を抑えることができるかを検討した。

オオムギ葉小片を2%グルタルアルデヒドで2時間固定した後、2%、1%、0.5%、0.2%の濃度の試薬Aに2時間浸漬して実験を行った結果が図3である。図から明らか

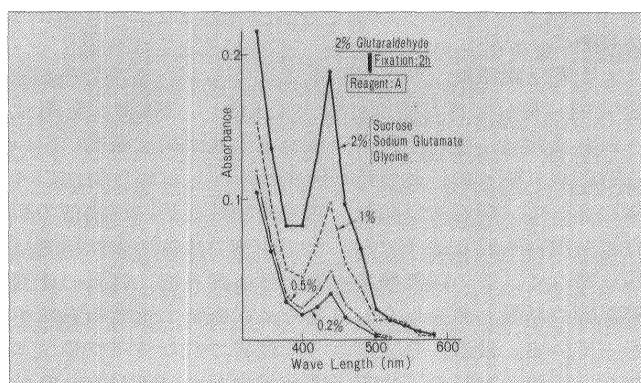


図3 試薬Aの濃度変化による葉緑素流出

なように、0.2%の濃度を用いると極端に葉緑素の流出が少なくなる。0.2%の試薬Aに浸漬した後、原法にしたがって、タンニン酸、オスミウム酸処理を行って、像を観察すると、試料は十分な導電性をもっていることが明らかになった。

(3) グルタルアルデヒドの濃度及び固定時間

まず、2%のグルタルアルデヒドを用いて、オオムギ葉

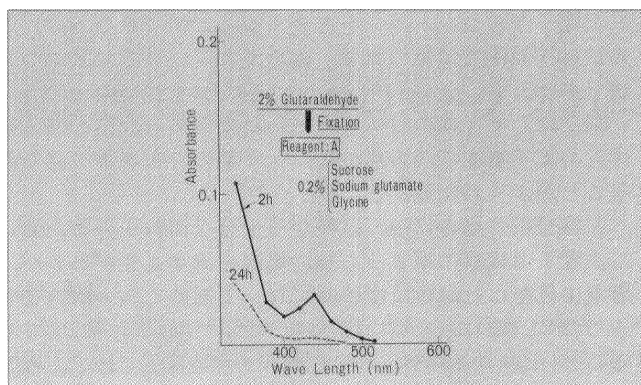


図4 グルタルアルデヒドの固定時間の差による葉緑素流出の変化

小片を2時間または24時間固定した後、0.2%の試薬に2時間浸漬して葉緑素の流出を測定した(図4)。図から明らかなように、24時間試料を固定すると、440nmのピークは、無視してもさしつかえない程度に減少する。したがって、試薬Aでの葉緑素流出にはグルタルアルデヒドの固定時間が鍵になっていることがわかる。

グルタルアルデヒドの濃度を1%、1.5%、2%、2.5%として上と同じような実験を行ったが、1.5~2.5%では、図4の24時間固定と同じような結果が得られ、濃度による差は認められなかった。1%では、固定が十分でなく、葉緑素流出量は多少増える。したがって、グルタルアルデヒド固定は、1.5%の濃度で24時間の条件でよいことが明らかになった。ただし、前述のように植物材料には固定剤の浸透が悪いので、グルタルアルデヒドに浸漬したまま30分程軽く吸引してやらないと、試料はうまく固定できない。

(4) 試薬B及びオスミウム酸

試薬Bのタンニン酸とオスミウム酸の過程での葉緑素流出も検討したが、この過程での流出は起らず、問題にならなかった。ただし、試薬Bもオスミウム酸も1%の濃度で24時間浸漬で十分であった。

2. 植物試料のための導電染色法

上記の実験結果から、植物試料のための導電染色法は表1のように変えたほうがよいのである。

表1に示すように、固定剤と試薬濃度を低くし、浸漬時間を長くしたほうが物質の移動が少なく、X線分析のためにはよいと考えられる。この方法で得られたケイ素のX線分析結果と新鮮葉に蒸着したケイ素X線分析結果とがほぼ一致しているので、この方法によるケイ素の移動は、ほと

表1 動物と植物試料のための導電染色法

固定剤または試薬	濃度及び時間	
	動物	植物
グルタルアルデヒド	2% 2h	1.5% 24h
A: 蔗糖 グルタミン酸ソーダ グリシン	2% 2h	0.2% 2~3h
B: タンニン酸	2% 2h	1% 24h
C: オスミウム酸	2% 2h	1% 24h

んど起っていないと考えられる。

しかしこの方法は、オオムギ葉を用いての実験結果であり、他の供試材料では、細胞壁の厚さとか、表面の疎水性層の厚さが異なっているので、それぞれの材料で多少の改良を要すると思われる。

3. X線分析とマニプレーティングへの導電染色法の応用

表1に示したような方法で、うどんこ病罹病オオムギ葉を固定し、うどんこ病菌侵入部位周辺のオオムギ葉表皮のケイ素集積を検討した。

導電染色した試料を20~25kVの加速電圧で観察すると、表皮細胞壁が透けて、細胞質の変化がある程度推定できるようになり、うどんこ病菌の侵入部を容易にとらえることができる(図5)。もし、表面構造を観察したければ、5~10kVの低加速電圧で観察すると、詳細な二次電子像が撮影できる(図6)。このように、加速電圧を変えるだけで、

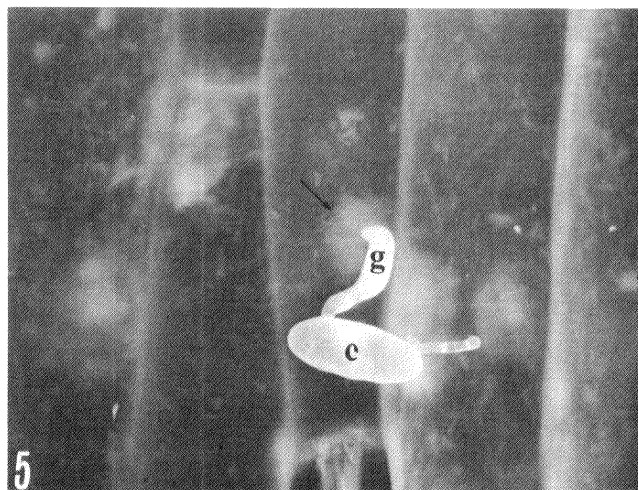


図5 うどんこ病菌分生胞子を接種したオオムギ葉(導電染色)
×1,000 加速電圧 25kV
高電圧で観察すると、菌の侵入に対する葉表皮細胞内反応が推察できる(矢印)。

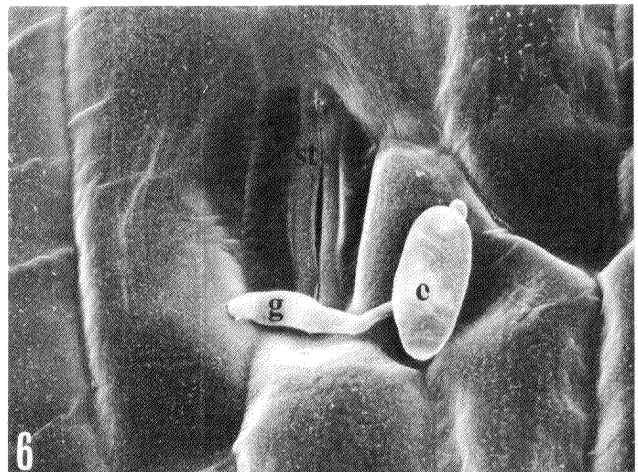


図6 うどんこ病菌分生胞子を接種したオオムギ葉(導電染色)
×1,000 加速電圧 15kV
低電圧で観察すると、表皮細胞内反応はわからないが、表面構造が詳細に識別される。

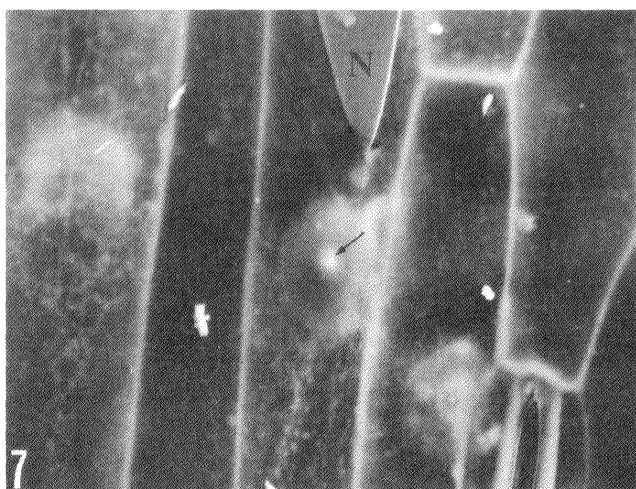


図7 オオムギ葉上のうどんこ病菌侵入部位 (矢印)
×1,000 加速電圧 25kV

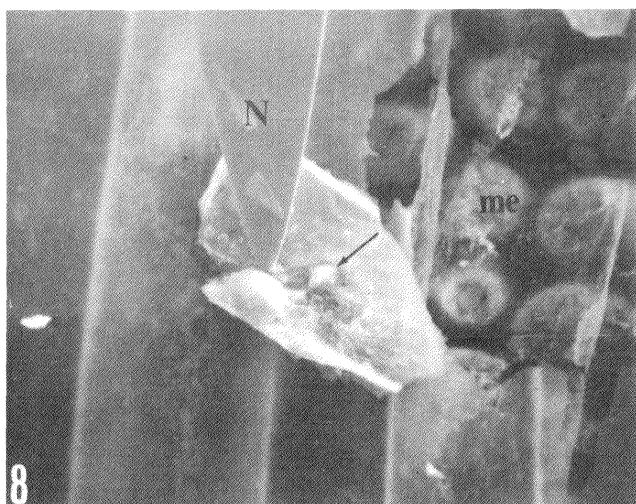


図8 図7の侵入部位周辺をマニプレータで切開して、表皮細胞壁を裏返した図。
×1,000 加速電圧 25kV
侵入部位の裏側には、いぼ状構造 (矢印) が形成されている。

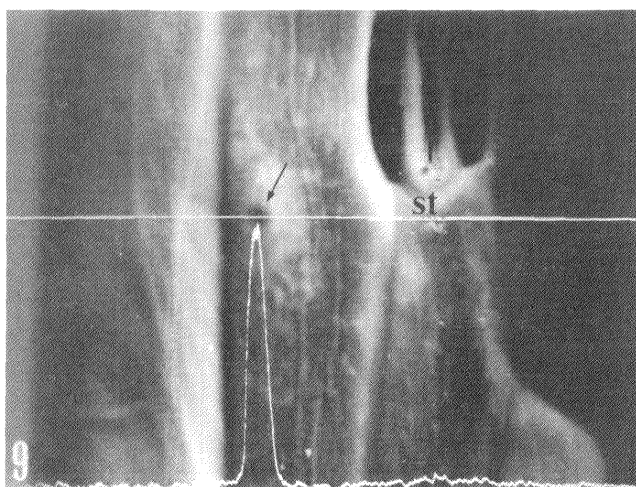


図9 うどんこ病菌の侵入部 (矢印) 付近のケイ素分布を示すX線分析
×1,000 加速電圧 25kV, 試料電流 1×10^{-8} A
図両端の矢印を結ぶ直線上の線分析

二次電子像のコントラストを変えることができる点は、他の試料作製法では見られず、極めてユニークで効果的な方法である。

図7は、ケイ素の分析を行った結果である。菌の侵入孔付近の電子密度の低い部分に、ケイ素の分布が多く見られることがよくわかる。

X線分析の場合には、試料から十分な情報を得るために、二次電子像観察の際よりも強い電流を流す必要があるが、導電染色をした試料は電子線に対して極めて強い耐性を持っており、繰り返し同じ場所を分析しても試料が破壊されることはない。実験によると25kVの加速電圧で 10^{-7} A程度の試料電流を流すことが可能である。

次に、マニプレータを用いて、表皮細胞壁を切開して、表面からの観察像と表皮細胞内の構造との関連を調べた。

図8は菌の侵入孔周辺を表面から見た図である。図9は、侵入孔周辺の細胞壁を切開して、裏返した図である。この図から明かなように、図8の中心部の電子密度の低い円形部分は、表皮細胞壁の裏側にできているいぼ状の構造に相当していることがわかる。

このように裏返した表皮細胞壁に対してX線分析を行った結果、いぼ状構造のケイ素分析を示す顕著なピークが現われ、図7で示した結果とよく一致していた。

マニプレーティングを応用する場合には、試料の表面ばかりでなく、内部も導電性をもっていないと具合が悪い。例えば、試料に金属蒸着して表面に導電性を与えたものでは、表皮細胞壁を切開すると、導電性のない内部組織が直接電子線にさらされて、簡単に破壊されたり収縮したりしてしまう。

導電染色法は試料全体に導電性を与えるものであるから、試料表面を切開しても全く問題はなく、安定した試料内部の二次電子像が観察される。

しかし、オスミウム酸による過度の固定は、試料をバリバリにしまい、マニプレーターで解剖するとき、試料片が電子線のチャージによって飛散してしまうので注意を要する。したがって、24時間以上オスミウム酸固定することは望ましいことではない。

4. おわりに

導電染色法は、X線分析やマニプレーティングに応用する場合には、極めて好都合な方法である。特にマニプレーティングによって好結果を得ようとする場合には、従来のグルタルアルデヒドやオスミウム酸固定法あるいは凍結法では無理が多く、現状では、導電染色法が有利である。

また、この方法は、金属蒸着をする必要がないので、試料作製過程で最も収縮が起り易い真空蒸着をしないですむという点でも推奨できる方法である。マニプレーティングは、表面構造と内部構造との相関関係を立体的に把握することを可能にした。これは、従来にない全く新しい手法である。

導電染色法とマニプレーティングが新しい電子顕微鏡学の一面を開くことが期待され、生物学研究の有力な武器となるであろう。

参考文献

- 1) Murakami, T.: Archivum histologicum japonicum Vol. 36, No. 3, 189-193, 1974
- 2) 渡部忠雄, 永谷 隆, 村上宅郎, 細胞 7 巻 1 号, 118-125, 1975

163形 日立ガスクロマトグラフによる胆汁酸の分析

田 爪 正 気* 八 田 重 男*

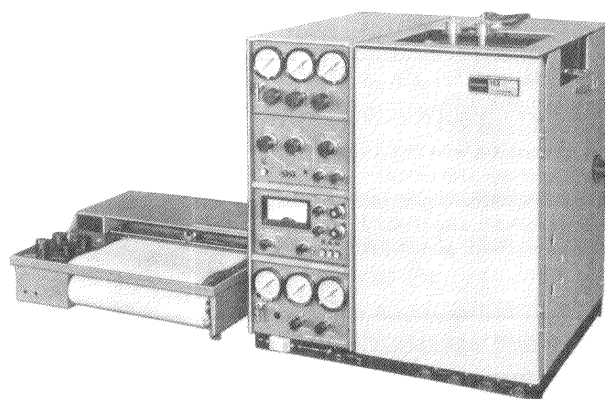
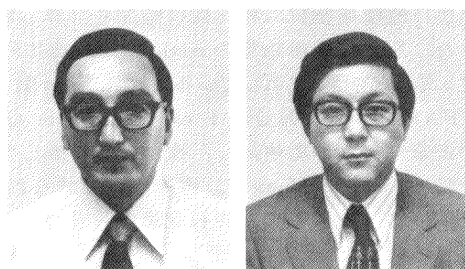
はじめに

胆汁酸の代謝は肝臓を中心に営まれ、肝機能と密接な関係があるところから、胆汁酸を測定することにより肝臓の状態を推察し、臨床に役立てようとする試みがあったが、従来その測定法である分配クロマト法、ペーパークロマト法、ケイ酸クロマト法、比色法などは、操作が非常に複雑で、かつ誤差が大きい欠点があり、そのために実用の段階に至らなかった。しかし、最近、薄層クロマトグラフィ、ガスクロマトグラフィ（以下「GLC」という）をはじめとする各種のクロマト法やアイソトープの手技が胆汁酸の分析に利用されるようになってきた。特に、GLCの分析はクロマト以前の前処理が面倒であるにもかかわらず、その分離能の優れていること、微量で分析が可能なこと、定量が容易なことなど数々の長所をもっており、広く利用されている。ここでは、163形 日立ガスクロマトグラフを使用して、いくつかの胆汁酸の分析測定を行ったので、その結果をご紹介します。

1. 実験条件

胆汁酸の分析には通常ガラスカラムが用いられる。胆汁酸をGLCで分析するためには、胆汁酸の誘導体と充てん剤の選択が問題となるが、ここでは胆汁酸のmethyl esterのtrifluoroacetate(TFA)の誘導体を作り、充てん剤は1% QF-1 on Gaschrom Qを使用し、その分離能と定量性について検討した。標準物質として、5 β -cholanolic acid (5 β), lithocholic acid (LCA), deoxycholic acid (DCA), cholic acid (CA), chenodeoxycholic acid (CDCA), ursodeoxycholic acid (UDCA), 7-ketolithocholic acid (7-KLCA), 7-ketodeoxycholic acid (7-KDCA)の各胆汁酸をmethanolに溶かして標準液を作成した。methyl esterは標準液(1mg/ml)の一定量を蒸発乾固し、残渣を再びethanolに溶かし、それに新鮮なdiazomethane-ether溶液を過剰に加え、20分間室温に放置しその後etherを減圧除去して得られた胆汁酸のmethyl esterを減圧デシケータ（乾燥剤として五酸化リンを使用）に入れ、真空ポンプで引いて減圧にし、70°Cの恒温槽に入れて30分間加温し乾燥させる。TFA誘導体は胆汁酸のmethyl esterにtrifluoroacetic anhydride 0.5mlを加え、37°C30分間放置、その後蒸発乾固し、クロロホルム1mlに溶解した。試料はマイクロシリンジでその1 μ lをGCCに注入した。GLCは163形日立ガスクロマトグラフ（水素炎イオン化検出器付）で、充てん剤は1% QF-1 on Gaschrom Q、カラム内径3mm、長さ1mのガラスカラム、カラム温度はいずれも220°C、試料気化室温

度250°C、キャリアガスに窒素を用い、入口圧0.8kg/cm²、流量40ml/min、range 10, attenuation 4~32、チャートスピード5



163形 日立ガスクロマトグラフ（水素炎イオン化検出器付き）

mm/minでクロマトグラムを求めた。また、各胆汁酸を定量するために、内部標準物質として5 β を用い、得られたガスクロマトグラムより5 β に対する各胆汁酸の高さの比を求めた。

上記の基礎実験をもとにしてICR系通常マウス（♂、♀）、

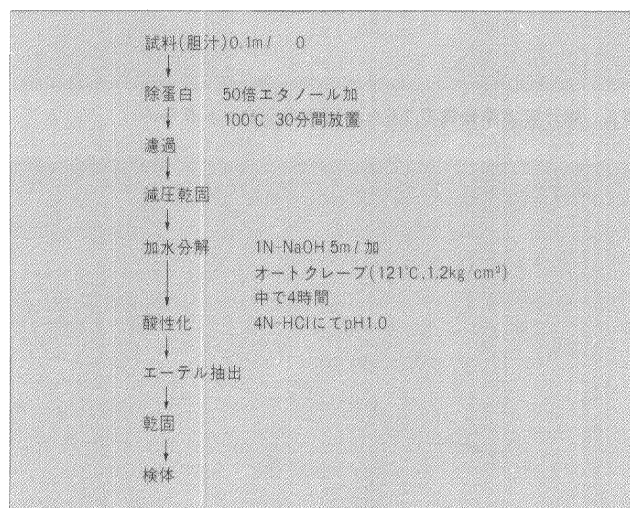


図1 試料の精製法

* 東海大学 医学部 微生物学教室

Wister系ラット（♂）及び胆石症患者の胆のう胆汁中の胆汁酸を測定した。試料の精製法は図1に示すとおりである。GLCの条件は基礎実験の場合と全く同じである。

2. 結果と考察

1% QF-1 on Gaschrom Qにおける胆汁酸標準物質の溶出の順序は、 5β , LCA, DCA, CDCA, UDCA, CA, 7-KLCA, 7-KDCAで、UDCAの保持時間を1.00として他の胆汁酸標準物質の相対保持時間を計算し表1に示した。また、胆汁酸標準物質のmethyl esterのTFA誘導体のクロマトグラムを図2に示している。次に、胆汁酸methyl esterのTFA誘導体を1% QF-1 on Gaschrom Qで分析する際の定量性について検討し、検量線を作成した（図3）。各胆汁酸は、0.1~0.5mgで、直線性が認められた。マウス♂、マウス♀、ラット♂、胆石症患者A及び胆石症患者Bのク

表1 相対保持時間

	1% QF-1 on Gaschrom Q TFA of Methyl Ester
5β -cholanolic acid (5β)	0.13
lithocholic acid (LCA)	0.52
deoxycholic acid (DCA)	0.65
chenodeoxycholic acid (CDCA)	0.85
ursodeoxycholic acid (UDCA)	1.00
cholic acid (CA)	1.40
7-ketolithocholic acid (7-KLCA)	1.63
7-ketodeoxycholic acid (7-KDCA)	2.15

1m×3mm
Column Temp 220°C

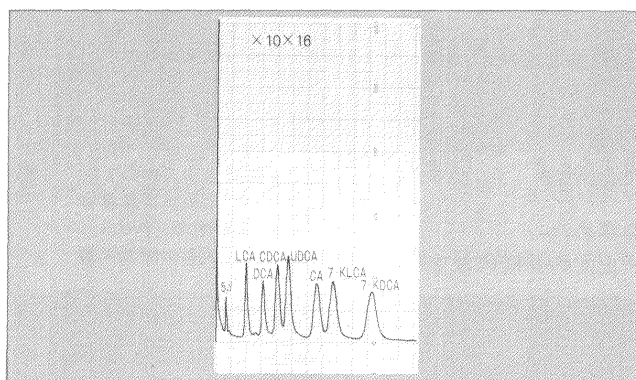


図2 胆汁酸標準物質のTFA誘導体のクロマトグラム

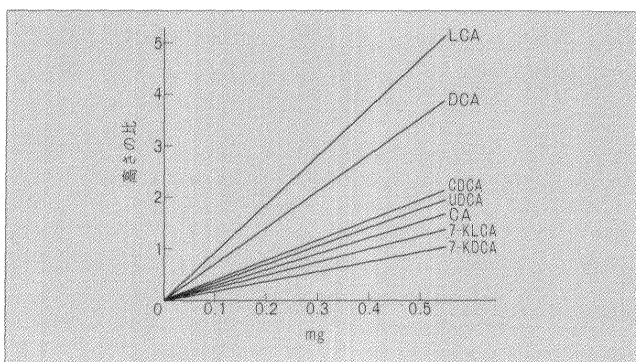


図3 検量線

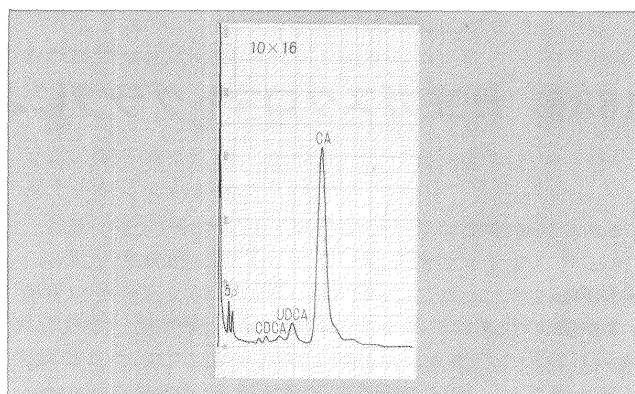


図4 マウス♂のクロマトグラム

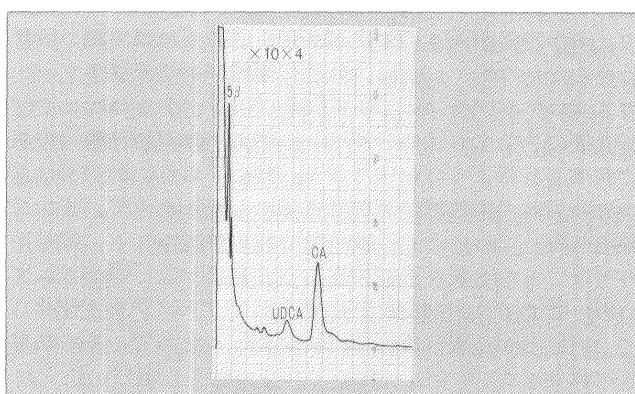


図5 マウス♀のクロマトグラム

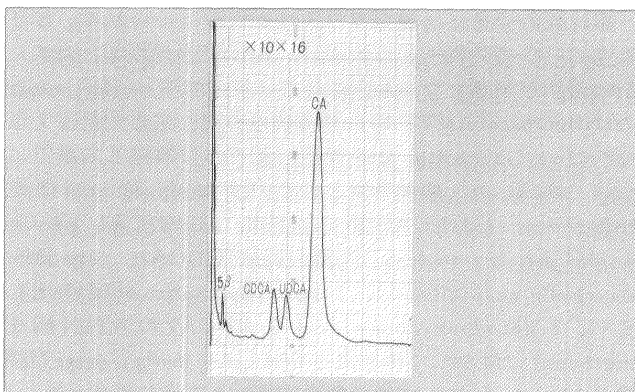


図6 ラット♂のクロマトグラム

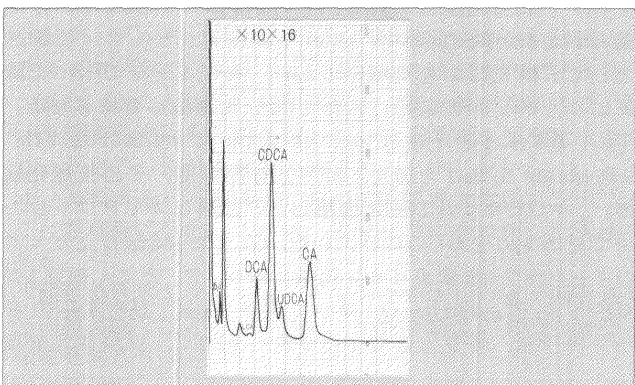


図7 胆石症Aのクロマトグラム

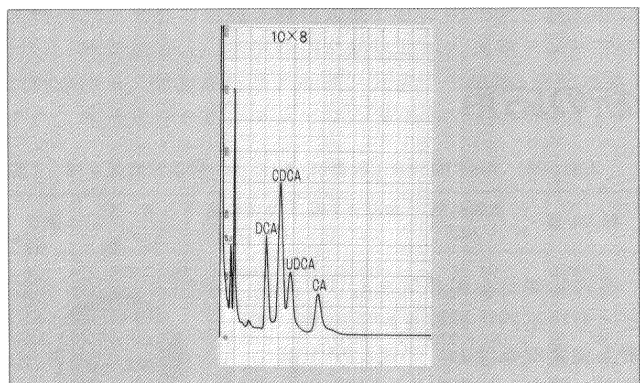


図8 胆石症Bのクロマトグラム

表2 各検体についての胆汁酸定量値

	DCA (mg)	CDCA (mg)	UDCA (mg)	CA (mg)
マウス♂	—	0.06	0.18	3.96
マウス♀	—	—	0.40	2.22
ラット♂	—	0.40	0.28	3.27
胆石症A	0.26	1.58	0.11	0.79
胆石症B	0.21	1.56	0.15	0.20

ロマトグラムをそれぞれ図4, 5, 6, 7, 8に示した。また、各々の検体について定量した結果を表2に示した。以上のことからマウス、ラット類の胆の胆汁中にはCAが多量に存在していると思われる。

3. おわりに

GLCによる胆汁酸分析に関しては、すでに詳細な総説^{1), 2)}が出版されているが、本稿では日立163形(水素炎イオン化検出器付)を使用して胆汁酸のGLCについて述べ、さらにこれに若干の生体試料例を併記したが、これはより多くの生体試料例を積重ねたうえで、新たに論ずべき問題であると考えている。

■参考文献

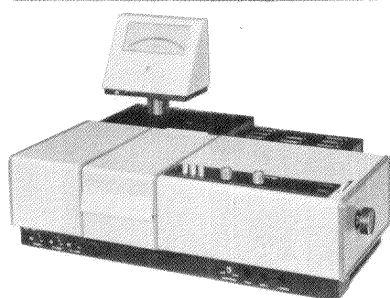
- 1) Kuksis, A: Lipid Chromatographic Analysis.
(Ed. by Marinetti, G. V.), II, p.215-312,
Marcel Dekker, Inc, New York (1969)
- 2) Eneroth, P. & Sjoval, J.: Methods in
Enzymology (Ed. by Clayton, R. B.),
Vol. 15, p.237-280, Academic Press,
New York (1969)

Topics

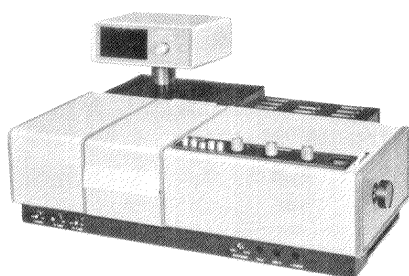
長時間の安定性に優れた
普及形ダブルビームタイプ

100-50/60形

日立ダブルビーム分光光度計



100-50形 日立ダブルビーム分光光度計



100-60形 日立ダブルビーム分光光度計

このほど、日立では、100シリーズ日立分光光度計の一環として、100-50/60形 日立ダブルビーム分光光度計を開発いたしました。

100-50/60形は、マニュアルの分光光度計をダブルビーム化したもので、シングルビームでの100% T(Abs. 0)合わせの手間を簡単にし、長時間ドリフトも飛躍的に改善されています。

付属装置は、姉妹機200シリーズ分光光度計と大幅な共用化を図り、多様な測定が可能です。これからの臨床検査室、工場、研究室など、機動性と信頼性を要求される分野で活発に利用されるものと期待されています。

■特 長

1. 洗練されたデザインで、操作性が優れています。

- (1) つまみ、スイッチ類を前面に集約しました。
- (2) ワンタッチ押ボタン方式を大幅に採用しています。
- (3) 表示部(メータ、デジタル)は、見やすい首振り式になっています。
- (4) 試料室は簡単に取り外して、手軽に洗浄ができます。
- (5) 電源は本体に内蔵されています。
- (6) 光源ランプの交換が容易です。

(7) 波長つまみは、粗調用・微調用の二重方式です。

(8) フィルタは自動切換です。

2. ハイレベルの性能が完備されました。

- (1) 長時間安定性が飛躍的に改善されました。
- (2) スペクトルの概要が手軽につかめます。
- (3) どの波長にセットしても100% Tが保たれます。
- (4) 溶媒による浮き上がりを打消すことができます。
- (5) 波長域は195~850nmと広領域をカバーします。
- (6) 迷光は0.1%以下です。
- (7) 試料室が大きく、100mmセルまで使えます。
- (8) 吸光度リニア表示、濃度直示方式(100-60形)です。
- (9) 光源と電源部は本体後部に突き出た構造になっており、熱の影響がありません。

3. 付属装置が豊富です。

サンプルシッパ、エンザイム、セルプログラマ、オートゼロ装置、検量線曲り補正器、少量スイケンシャル、恒温セル、ターレットセル、フローセル、マイクロフローセルその他。

衛生化学領域における無炎原子吸光分析の応用

佐藤 彰*

はじめに

原子吸光分析は、1955年 Walsh が Atomic Absorption Spectroscopy と名付け応用面の論文¹⁾を発表してから、いまや微量金属元素分析の領域には欠くことのできないものとなった。次いで、1961年 B. V. L'vov ら²⁾により原子化に炎を全く用いない無炎原子吸光分析法 (Flameless A. A. S.) が発表されて以来、今日静かなブームを招き、特に、最近実験室の排水規制が強化されるに及び、本無炎法の真価を発揮する時代が到来した。そこで、当所では、昭和47年10月より特に環境試料を含めた衛生化学的試料を対象に本法を活用し成果をあげているので、その概要を述べ諸賢の参考に供したい。

1. 無炎法について

1.1 歴史

無炎法は、1961年、ソビエトの B. V. L'vov らがはじめて提唱し、Massman³⁾による装置の改良と相まって発展したが、Perkin-Elmer 社の F. J. Fernandez⁴⁾が水冷式電気炉を用いる装置を発表してから急速に普及し、わが国には、1970年代に入ってから Perkin-Elmer 社、Tectron 社などの機器を導入した時点で利用されはじめ、現在日製産業(株)より日立 HFA 形国産機が市販されるに至り、遠からずして無炎法の全盛時代が到来するものと思われる。

1.2 特長

- (1) 正確性：分析者の経験が浅くても C.V. 5% 以内の精度で測定が可能である。
- (2) 迅速性：標準添加法を用いても 10～15 分以内に定量が可能で、1 回の運転時間はわずか 3 分にすぎない。
- (3) 簡易性：取扱いが容易で、従来の有炎装置のバーナを外して直ちに電気炉を組み込むことができ、かつ価格も比較的安価である。
- (4) 経済性：高価な試薬類もほとんど使わず、また試料の前処理が簡単なので、需要費が大幅に節減され、人件費も軽減できよう。
- (5) 安全性：可燃性ガスや有機溶媒を用いないので、物理的、衛生的にも安全性が高い。

2. 測定上の留意点

2.1 実験室

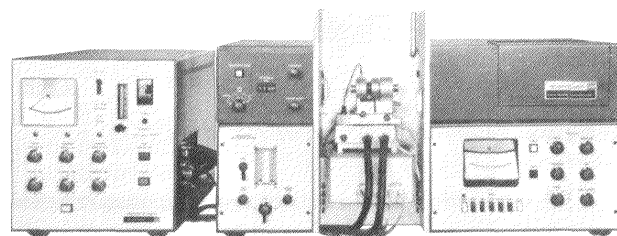
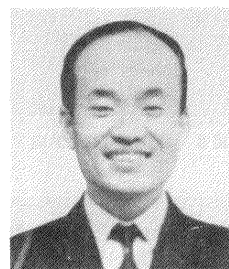
強制換気装置のある専用室が必要である。機器が超高感度(有炎法の 100～1,000 倍)なので、室の空気環境がデータを左右する。特に清掃には十分留意して欲しい。

2.2 排気

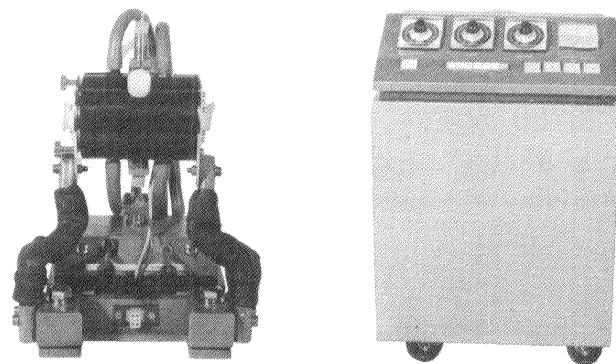
有害元素が金属蒸気となり、室素とともに室内に拡散されるので、健康上重要な条件として電気炉上部に強力なダクトを常備する必要がある。ドラフト室利用も一方法である。

2.3 グラファイトコーンとチューブ

コーンはチューブの使用頻度が高いほど時々新品と交換すること。コーンの交換を怠ると接点不良による



無炎原子吸光分析装置



HFA 形日立フレームレスアトマイザ

再現性のトラブルが起り得る。チューブは 3～4 回試料を注入したときピークハイトに大きくムラが生じる場合は交換が必要である。

2.4 注入操作

エッペンドルフマイクロピペットの操作(吸入・排出)のテクニックをマスターすること。時々各ピペットの C.V. % を求めてチェックすることなどが基本的に必要だが、習熟すると 50 μ l 用で C.V. 3% 以内、10、20 μ l でも C.V. 5% 以内に抑えることが可能であろう。(重量法：セミマイクロ化学天秤で 0.00001g まで秤量)。

3. 無炎法による原子化

有炎法では、可燃性ガスと空気などによって吸引された

* 岩手県衛生研究所 化学部長、医博



試料がバーナ部で燃焼（酸化現象）し、原子化されるのに対し、無炎法では、電気炉内に組込まれた炭素チューブに試料を注入、窒素またはアルゴン気流中で強熱（還元現象）され、原子化される。チューブが発熱体である関係上、チ

ューブの材質、劣化が分析データを支配する。当所にあるP. E 社 H. G. A タイプのものは100 μ lまで使用可能である。

試料は、液体であれば5～100 μ l、固体試料の場合は固体サンプルで5～20mgくらいが適当と思う。カーボンチューブは中央に集中的に高温が与えられるので、再現性をよくするコツは液体の表面積が狭く、チョココンと盛るのがよく、薄く幅広く流れると再現性が悪い。そこで100 μ l注入する場合は、はじめに50 μ l入れ、いったん乾燥後再び50 μ lを注入して乾燥、炭化、原子化を行うとよい再現性が得られる。固体試料の経験はあまりないが、10mg前後が安全であろう。各元素の原子化条件は、メーカーで指示しているが、実験的に最適条件をチェックすることが望ましい。参考までに当所で実施しているプログラムを表1に掲げる。

表1 無炎法測定条件（H・G・A-70使用）各元素5mA, 50 μ l注入

元素	波長 nm	炭化温度 °C	原子化温度 °C	至適濃度 ppb	前処理
Ag	328.2	490	2,050	3～10	Zr共沈
Al	309.3	1,100	2,600	50～100	直接
As	193.7	490	2,200	50～150	Zr共沈
Ba	553.6	1,100	2,400	100～300	直接
Cd	228.8	490	1,600	1～3	Zr共沈
Co	240.7	1,100	2,500	10～50	直接
Cr	357.9	1,100	2,500	10～30	"
Cu	324.8	1,100	2,500	10～30	"
Fe	372.0	1,100	2,500	50～150	"
Ge	265.2	1,100	2,500	100～300	"
Li	670.8	490	2,050	5～15	"
Mn	279.5	1,100	2,400	5～15	"
Ni	232.0	1,100	2,500	20～60	"
Pb	283.3	490	1,850	10～30	Zr共沈
Sb	217.6	750	2,200	50～150	"
Se	196.1	750	2,200	50～150	"
Sn	224.6	750	2,200	50～150	"
Zn	307.6	490	1,600	100～300	直接

注（波長）普通最もよく使われる検量線、ただし、Fe、Znは低感度の分析線を示した。

（至適濃度）スケール拡大をStandardとした場合の概数値である。

（前処理）Zr共沈は干渉元素の妨害が多い元素について用いる。ただし、直接法でも試料の元素が至適濃度以下の場合はZr共沈として濃縮可能である。ただし、Liを除く。

（乾燥温度）いずれも100°Cである。また時間は乾燥30～60秒、炭化30秒、原子化5～10秒とした。

4. 共存元素の影響

無炎法は有炎法に比べて共存元素の影響は少ないといわれている。その理由の1つとして、有炎法は空气中で燃焼するため酸化現象を呈し、元素によっては耐火物質を構成し、イオン化が困難となるに反し、無炎法は窒素またはアルゴン密閉カーボン中で還元雰囲気下で原子化されるため、感度が高いといわれている。また、有炎法は吸引された試料の5割くらいが原子化するのに対し、無炎法は注入試料全部が原子化されるので当然高感度が期待できるという。

実際各元素について実験してみると、無炎法は有炎法の100～1,000倍感度が高いことがわかり、逆に試料量が少なくても済むという利点があるわけで、本法の出現により原子吸光分析としての迅速性、簡易性、正確性が立証されたわ

表2 共存元素の影響

共存 Ion	添加量 (μ g)	Ag		As		Cd		Fe		Mn		Pb		Zn	
		検出ng	回収%	検出ng	回収%	検出ng	回収%	検出ng	回収%	検出ng	回収%	検出ng	回収%	検出ng	回収%
K	0	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	2.5	0.15	100	10	200	0.07	140	5	100	0.25	100	3.3	130	0.05	100
	5.0	0.15	100	19	380	0.08	160	5.5	110	0.25	100	3.3	130	0.06	120
	15.0	0.15	100	34	670	0.14	280	6	120	0.25	100	4.5	180	0.23	460
	25.0	0.18	120	36	720	0.22	440	6	120	0.25	100	6.5	260	0.31	620
Na	0	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	2.5	0.15	100	12	240	0.06	120	5	100	0.25	100	3.0	120	0.05	100
	5.0	0.18	120	31	620	0.06	120	5	100	0.25	100	3.3	132	0.08	160
	15.0	0.21	140	32	640	0.09	180	5	100	0.28	112	4.5	180	0.31	620
	25.0	0.25	166	—	—	0.14	280	5	100	0.30	120	7.0	280	—	—
Ca	0	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	0.25	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.04	80
	0.50	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.04	80
	1.50	0.15	100	6.5	130	0.05	100	5	100	0.25	100	2.0	80	0.03	60
	2.50	0.15	100	10	200	0.05	100	5	100	0.25	100	1.8	72	0.03	50
Mg	0	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	0.25	0.15	100	8	160	0.05	100	6.5	130	0.40	160	2.5	100	0.05	100
	0.50	0.15	100	16	320	0.06	120	7.5	150	0.50	200	2.5	100	0.07	140
	1.50	0.18	120	28	560	0.16	320	9.0	180	0.55	220	4.0	160	0.14	280
	2.50	0.22	140	38	760	0.23	460	9.5	190	0.58	232	6.0	240	0.24	480
Al	0	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	0.25	0.15	100	5	100	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	0.50	0.15	100	9	180	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	1.50	0.15	100	12	240	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100
	2.50	0.15	100	12.5	250	0.05	100	5	100	0.25	100	2.5	100	0.05	100

注 ○添加量 2.5 μ g=50ppm, 50 μ l 25 μ g=500ppm, 50 μ lを目的元素注入後重層した量。

○検出量 0.05ng=1ppb, 50 μ l 25ng=500ppb, 50 μ lの目的元素注入 peak から得られた重量。



けである。共存元素の影響については第2段階の炭化温度が1,100°Cくらいに維持できる元素、例えば、Al, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Mn, Niなどはあまり大きな影響は受けないが、炭化温度が490~750°C付近のAg, As, Cd, Li, Pb, Sb, Se, Znなどは特にK, Na, Ca, Mg, Al, Siなどが高濃度に存在すると強い干渉がある。表2は当所で昭和48年実施したAgなど20元素のうちから7元素を選び、これらの元素に対するK, Na, Ca, Mg, Alの各濃度に対する干渉を調べたものである(表2の説明)。Ag 3ppb 50 μ l (0.15ng)を乾燥後、K標準液50ppm, 50 μ l (2.5ng)を重層後、乾燥、炭化、原子化して得られた数値が0の添加量と同じ0.15ngで100%回収され、干渉がないという意味である。この調査によると、Ag, As, Cd, Pb, ZnがK, Na, Mgの影響を強く受けていることがわかる。Fe, MnにはMgが、AsにはAlが大きく干渉するのが目立つ。そこで、実験を進める際に、共存元素が無視できない量の場合は、直接法のほかに標準添加法で正確を期すことが必要であり、また後述するような前処理を検討して正確なデータを得るように努力すべきである。

5. 無炎法の応用例

5.1 水質分析

(1) 飲料水

成分含量の少ないものは本法の独壇場で、濃縮、抽出などのわずらわしい前処理は全く必要なく、澄明なものはそのまま、または精製水(水)で希釈するだけで注入する。Mn, Fe, Cu, Cr, Pb, Cd, Znのppb分析が可能である。Feは372.0nm, Znは307.6nmの分析線を用いたほうが希釈操作を省くことができる。精製水は前もってピークの有無を確認しておくことが大切であろう。⁵⁾

(2) 温泉水

高沸点金属元素(以下「H元素」という)のAl, Cu, Fe, Mnなどは共存元素の影響が少ないので、直接または希釈する。低沸点金属元素(以下「L元素」という)のCd, Pb, Znなどは特にアルカリ金属の影響が大きく直接注入は不可能に近いので、目的元素を分離する必要がある。当所では、pHを1付近にした試料にZr塩を加え、希アンモニア水でpH 8~9としたときに析出するZr(OH)₄にこれら元素を吸着させたのち、沈殿物を熱塩酸に溶かし一定量としたのち注入する(以下「Zr共沈法」という)⁶⁾⁷⁾方法を検討して発表している。⁸⁾

(3) 海水

Chelex-100キレート樹脂筒にpH 6とした試料250mlを流入し、目的元素を定量的に吸着させ、2N 硝酸 50mlでPb, Cu, Cdの分析を可能とした。この方法により莫大なアルカリ金属、アニオンなどよりの干渉を完全に抑えて分析することに成功した。⁹⁾

5.2 土壌分析(底質を含む)

従来のアルカリ熔融分解法でなく、操作が迅速で再現性のよい過塩素酸・硝酸(1:3)の混酸を用いて試料100~200mgを用いて分解し、水で一定量としたのちH元素はそのまま、L元素はZr共沈法などにより定量する。

5.3 生物学的試料

(1) 血清鉄・銅

そのままか、水で希釈する。

(2) 尿中カドミ、鉛

Chelex-100を用いてアルカリ金属、有機物より分離濃縮、硝酸で溶出後注入。¹⁰⁾

(3) 血中鉛

全血1~2gに混酸5mlを加え分解後一定量とし、ジチゾン法による抽出¹¹⁾かZr共沈法で定量。

(4) 頭髮重金属

よく洗浄した試料0.1~0.2gをとり、混酸少量を加え分解後、水で25~50mlとし、H元素を定量。Znはさらに5~10倍に希釈して注入。また、As, Sb, Ag,などは試料0.5gをとり、混酸、Zr共沈法で分析可能。

5.4 医薬品分析

(1) 注射用蒸留水

何ら前処理の必要がなく、H, L両元素の分析が容易である。ただし、Znは有炎法でもよい。

(2) ドリンク剤

5.2の土壌分析と同じ。¹²⁾

(3) 錠剤、カプセル剤

試料1~2gをとり、混酸分解後一定量とし、H元素はそのまま、L元素は分解液の一部をとり、Zr共沈法により、分析が可能である。

5.5 食品分析

(1) 清涼飲料水

H元素は直接法、L元素はZr共沈法で分析が容易である。

(2) 液状食品

牛乳、ジュースなどは試料5~10mlをとり、混酸分解後清涼飲料水と同様処理する。

(3) 金属異物

ジュースの中から摘出した微細な金属片(ルーペ確認)を時計皿の上にのせ、硝酸一滴に溶解させ、いったん蒸発乾固後50 μ lの水に溶かし、20 μ lずつでPbとSnを確認することができた。

(4) 食用人工タール色素

粉末試料50mgを水100mlにとかすだけで、Pb, Cd, Zn, Fe, Mn, Crなどの分析が容易で、従来の強酸分解と溶媒抽出による操作の複雑性をなくすることができた。¹³⁾

5.6 今後予想される応用面

無炎法は今後大気汚染の分野で活躍すべきで、この場合は従来の月または日単位の汚染度把握に経時変化を追加する必要がある。特に、汚染源である排気中に含まれるPb, Cr, Asなどはローボリウムかエアースンプラ(電気化学: 24時間連続採取, 2%硝酸へ吸収)により5~10分吸引空気中の濃度チェックが可能であろう。最近、日電バリアン社が可検空気200mlを用い、分析時間2分で分析可能な無炎装置に付属させるエアーマイクロサンブラ装置を開発している。¹⁴⁾ また、無炎法はこのほかにも乳幼児が使用する金属製またはプラスチック製玩具に含まれる疑いがある顔料中の有害性重金属や学童が日常使用している各種絵具類、折り紙中に含まれるCr, Pb, Zn, Asなど、さらに家庭用に使われる塗料中の重金属成分の分析、あるいは交通事故現場に落ちている塗膜片の鑑定などなど、今まであまり考え

られなかったミクロの世界に挑戦することが可能となろう。われわれ分析化学者としては人間の2、3滴の血液や汗などを材料として環境汚染の原因となる重金属量を究明することができたら……と夢は果しくなく続く昨今である。

7. おわりに

以上無炎法についてのあらましとその応用例について述べたが、無炎法は、何しろ超高感度分析法なので、使用試薬の純度、使用ガラス器材の品質と洗浄の程度、乾燥方法、使用精製水の純度、さらには使用ろ紙の品質までが再現性を左右することになりかねない。そこで、無炎法で使用する資材は他のものと別個にして厳重に保管使用すべきものと思う。無炎法では、前処理が全くないものが最もよいデータが得られるわけで、この点から5.4(1)の注射用蒸留水の分析は無炎法ならではの感が深い。本論でしばしばのべているZr共沈法は目下多くの元素について検討を行なっているが有炎法、無炎法の前処理としてかなり有用性が期待できるものと信ずる。最後に無炎原子吸光分析法の今後益々

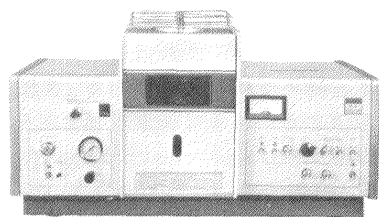
発展し、人類の幸福に貢献することを祈念して筆を擱く。

参考文献

- 1) 佐藤彰, 高橋正直: 本ニュース Vol.10, No.1, 7~10 (1967)
- 2) L'vov, B. V.: Spectrochem. Acta, 17, 761 (1961)
- 3) 保田・長谷川: 原子吸光分析, 102~103, 講談社 (1972)
- 4) Fernandez F. J. & Maning D. C.: A. A. Newsletter, 10, No.3, 65 (1971)
- 5) 佐藤彰: 第10回全国衛生化学技術協議会総会・講演要旨 (1973)
- 6) 吉村担: 分析化学, Vol.22, No.10, 1346~1349 (1973)
- 7) 吉村担: 分析化学, Vol.23, No.9, 1006~1009 (1974)
- 8) 佐藤彰: 温泉工学会誌, 投稿中
- 9) 佐藤彰, 齊藤憲光, 及川友子: 分析化学 Vol.24, No.9
- 10) 及川友子, 佐藤彰, 齊藤憲光: 日本薬学会第94年会講演要旨 第3分冊 (1974)
- 11) 日本薬学会: 衛生試験法註解, 有害性元素試験法 313~316, (1973)
- 12) 佐藤彰, 及川友子: 第13回日本薬学会・東北支部総会講演要旨 (1973)
- 13) 佐藤彰, 及川友子: 同上
- 14) 佐藤彰: 計量管理, Vol.24, No.6, 9~11, 計量管理協会 (1975)

Topics

日立独自のTICシステムを採用
高性能化, 小形化を実現した
170シリーズ日立原子
吸光/炎光分光光度計



170-30形 日立原子吸光/炎光分光光度計

このほど、日立では、170シリーズ170-10/30形日立原子吸光/炎光分光光度計を開発いたしました。

170シリーズよりは、「より高性能に、より使い易く」をテーマに日立が最新の技術を駆使して開発したもので、高感度測定、分析精度の向上、測定時間の短縮を可能にする数々の新機構を採用しています。特に、日立独特のT.I.C.システムは、高性能化、小形化を実現しています。

特長

(1) T.I.C (Thermally Isolated Com-

partment) システムの採用により、再現性の向上、ノイズの低減を図っています。T.I.C.システムとは、クッションにより安定した状態にあるフローティングベース分光器、しゃ熱バーナ室及びフレームを安定させるための二次空気をバランスさせる後部ダクトなどより成っています。

(2) 連続的に応答速度が換えられるズーム式応答速度調節を採用しています。これにより、適切な応答速度を任意に選択でき、また、スケール拡大時にも迅速な測定を行うことができます(図1)。

(3) ユニバーサルスケール(拡大10倍、縮小1/10倍、共に連続可変)ですから、スケールを任意に換えることができ、簡単に濃度直読ができます。

(4) ガス配管の接続はクイックジョイント方式を採用し、他種のカスとの接続変更がワンタッチでできます。

(5) 亜酸化窒素と空気の切換がワンタッチででき、しかもこれと連動してアセチレン流動が変わるシンクロバルブを採用しているため、高温バーナが簡単に使用できます。また自動点火、空気-アセチレン炎優先着火方式ですから、バックファイアの心配もありません。

(6) ワンタッチでホローカソードランプのセットができます。

(7) 測定可能波長範囲は190~900nmです。

(8) 炎光分析も行なうことができ、原子吸光、炎光のどちらもオートゼロ機構がついています。(170-30のみ)

(9) シグナルコンディショニング回路による平均測定ができます。(170-30のみ)

平均化されたきれいなデータが得られ、しかも測定途中の異常(ノイズ等)を監視することもできます。

(図2)

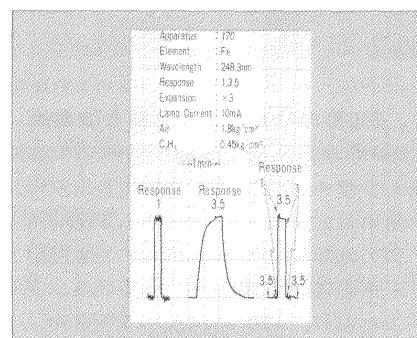


図1 応答速度連続可変データ

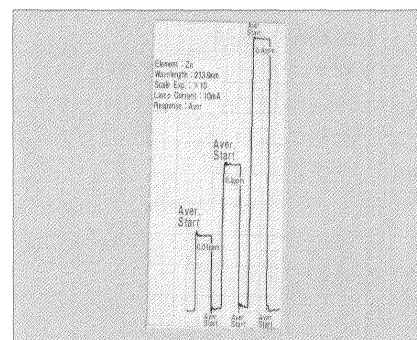


図2 平均化データ

200シリーズ日立ダブルビーム分光光度計とその応用例

遠山 恵夫* 根本 勲* 倉橋 徹* 小森 律夫** 栗本 宏三***

1. はじめに

日立製作所では、8年前に、従来の自記分光光度計の普及形として124形ダブルビーム分光光度計を開発した。その後測光表示部のデジタル化が主流となり、624形が生れたが、当時シングルビーム形が圧倒的であった時代に普及形ダブルビーム方式の採用は画期的なことであった。爾来、製造工程の品質管理や研究室などあらゆる分野で活発にご愛用いただいている。

このほど、モデルチェンジを兼ね、性能のアップ、取扱いの簡易化、デザインの一新を主眼とし、長年にわたる実績をもとに日立の技術を結集して、200シリーズ日立ダブルビーム分光光度計(以下「200シリーズ」という)を製品化した。

200シリーズは、自記分光システムを主体とし、サンプルシッパシステム、オートサンプリングシステム、酵素反応分析システム、セルプログラムシステム、波長プログラムシステムの6つの基本システムを組み合わせることができ、多様化、専用化のご要望に即応できる体制を整えたものである。また、測光値表示部をメータ式(200-10)とデジタル式(200-20)に大別し、自由に選択できるようにした。

本稿では、200シリーズの主要な機能である自記分光システムについて実際の試料を用いて測定した結果を記述し、また、最近注目されている、微分測光の実測例について述べる。

2. 200形の特長および主要な改良点

200形の特長及び改良点を列記すれば次のとおりである。

(1) シリーズ化

使用目的に合ったシステムが自由に選択できるように、6つの基本システムを用意した。図1に代表的な用法とシリーズの基準を示した。もちろん、自記分光システムがベースとなり、目的の付加や変更により逐次追加ができる。病院、工場の品質管理をはじめ研究室・実験室などのあらゆる分野で活発に使用されるものと期待している。

(2) 波長範囲の拡張

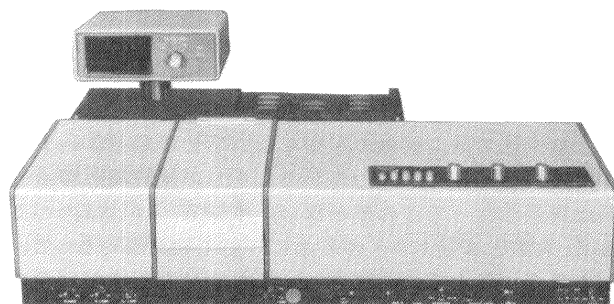
普及形ダブルビーム分光光度計は、短波長側の波長守備範囲は195nm(124形、624形)が一般であるが、200シリーズではこれを5nm延長し、190nmとした。これは国内唯一の自家製高性能回折格子により迷光の少ない良質な単色光が得られるため、190~900nmの広い波長範囲をカバーするのはこの種の分光光度計では初めてである。

(3) 長時間安定度の向上

* 日立製作所 那珂工場 光装部

** 日立製作所 那珂工場 応用技術部

*** 日立製作所 那珂工場 光装部、主任技師



200-20形 日立ダブルビーム分光光度計

分光光度計の評価のひとつに、測光値の安定性がある。これはシステム光度計として使用するとき特に重要となる。200シリーズはこの点を重視し、0.001A/dayとした。すなわち、24時間に1カウント(デジタル4桁の末桁)の移動に抑えた。このため、製造工程の品質管理で連続運転記録や製薬関係の溶出試験など長時間にわたる吸光度の変化を正確に測定する場合、抜群の安定性が得られ、信頼性を高めることができる。

(4) ゼロサプレッション

高い吸光度をもつ試料を精度よく測定する場合、スケール上から測定するのでは読取誤差が大きいため、一般には再希釈して低い吸光度で測定している。200シリーズは、ゼロサプレッション機能を内蔵させたが、これはこの種の分光光度計では世界的にみても初めてのケースである。また、ABS. 0-3スケールの設置とあいまって任意の吸光度を部分拡大でき、その応用分野を広げた。

(5) バンドパスは連続可変

0.2~4nmの間で任意のスペクトル幅を選び出せる。最小バンドパスは0.2nmで、ベンゼン蒸気や亜硫酸ガスなど蒸気に使用し、吸収バンドのブロードな試料では最大4nmまで広げることができるので安定な測光値が得られる。

(6) 機能の改良

現代的な感覚を重視して、機能、構造及び外観を設計した。

スケールはワンタッチ切換の押しボタンを採用して上面パネルにまとめ、その他の操作もすべて前面に集約したので、操作性が著しく向上した。このため、従来は光源ランプの切換、バンドパスの選択は裏面または側面切換が常識となっていたが、すべて前面で行えるようになった。

光源ランプの交換は無調整方式である。測光表示部(メータまたはデジタル)は首振り方式を採用し、測定者の位置に余裕をもたせた。また、吸光分析では強い酸、アルカリなどを使用する試料が多いため、試料室はその直撃を

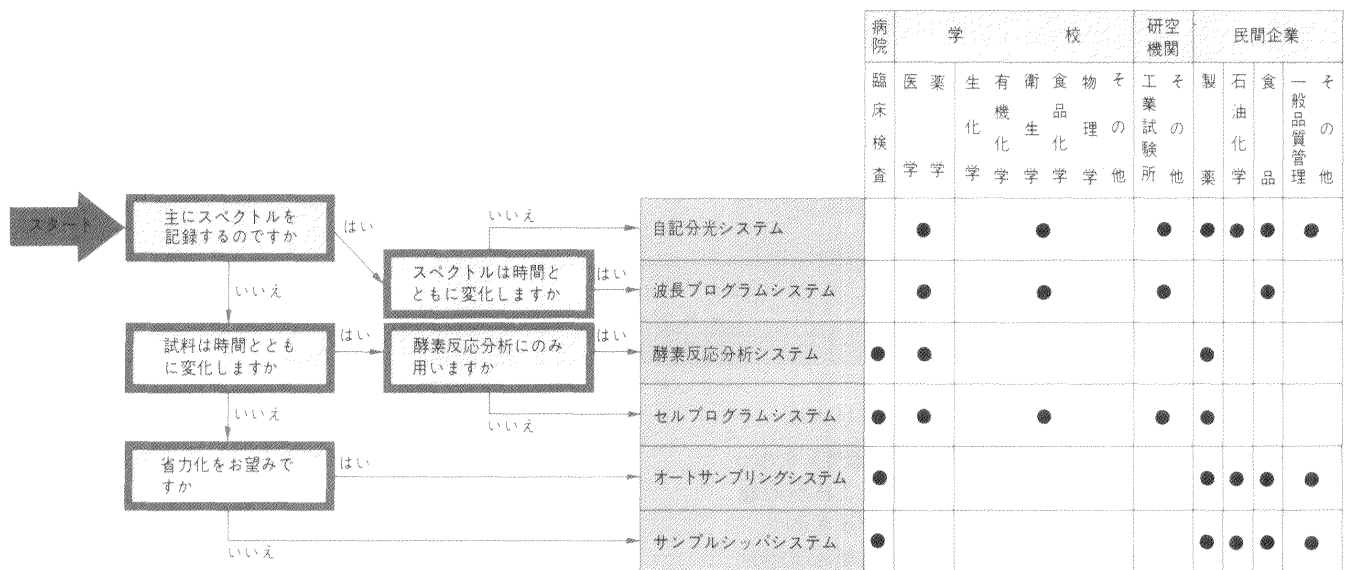


図1 システム選択の一例

受け、汚染腐食される。200シリーズでは、蓋はもちろんのこと底部（受皿付き）もそっくり取外しできるので、迅速に洗浄が可能である。

(7) その他の特長

日立では伝統的に分光器を完全密閉し、シリカゲルで乾燥している。このため、当然十分な耐湿性を持ち、試料室内での腐食性ガスの発生からも保護される。また、電源は本体に組込まれており、総重量も33kgと軽く、1人で持運びが可能で、移動が容易である。

3. 応用例

(1) 苛性カリの測定

日立では、分散子として用いる回折格子を自家製造しており、純度の高い単色光が得られ、波長範囲も190～900nmと広い。図2にはKOH水溶液の吸収スペクトルを示した。OH基は189nmに吸収ピークをもつが、200シリーズでは、正しく記録されている。濃度と吸光度の関係も比例性が保たれ定量が可能である。また、図3には、洗剤を蒸留水に溶かした場合と工業用水の吸収スペクトルを併記した。前者は193nm付近に顕著な吸収があり、後者には見当たらない。

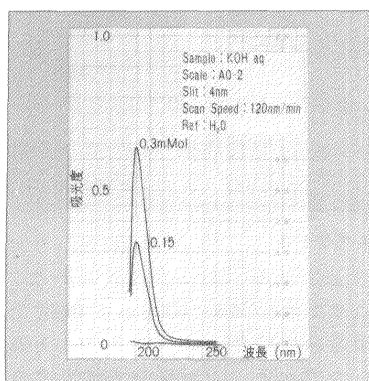


図2 苛性カリの吸収スペクトル

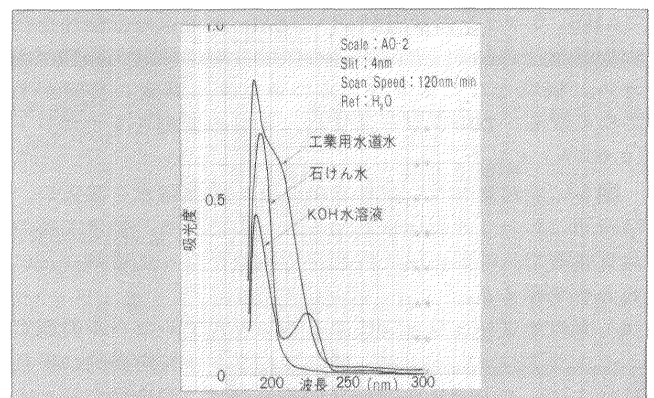


図3 洗剤、工業用水の吸収スペクトル

い。このように190nmに延長されたことにより、新たな知見が得られ測定範囲が拡大される。

(2) ホルムアルデヒドの測定

最近、刺激臭などで問題となっているホルムアルデヒドをアセチルアセトン法により発色した吸収スペクトルと検量線を図4に示した。検量線のCONCは波長を410nmに固

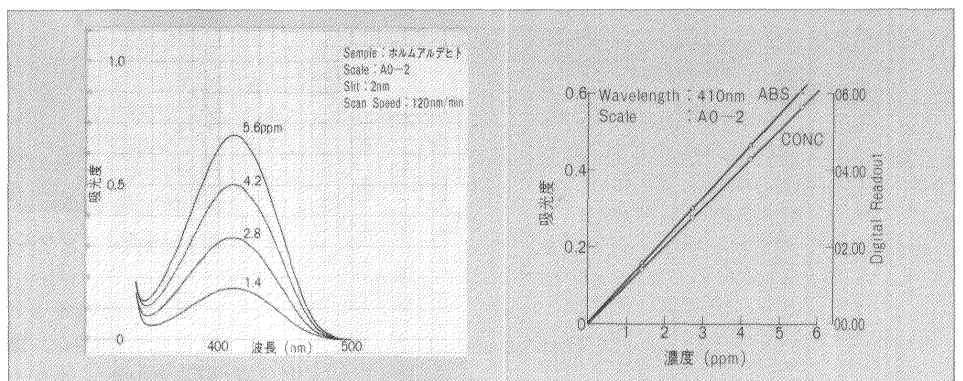


図4 ホルムアルデヒドの吸収スペクトル

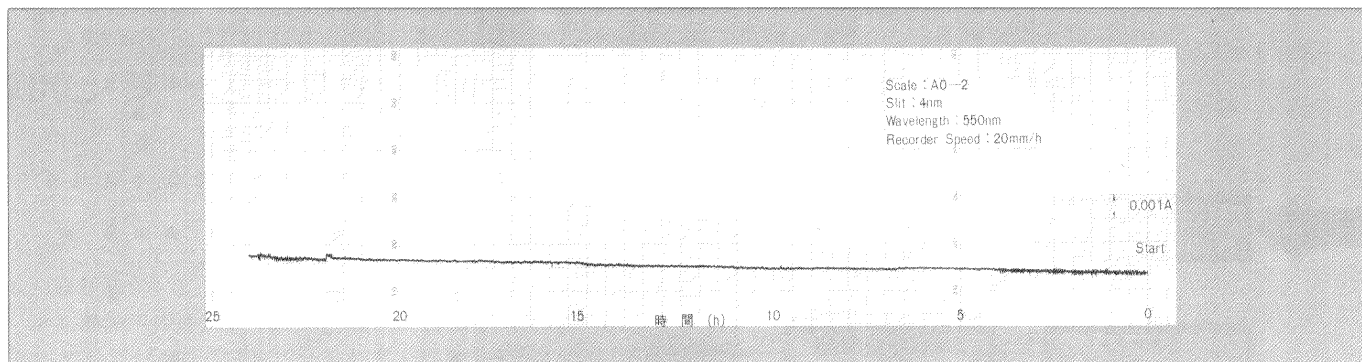


図5 ABS 0ラインの安定性

定し、SCALE切換押しボタンをCONCとし、濃度5.6ppmの試料を0560にCONCツマミで合わせる。これから濃度—デジタルの関係が得られ、濃度が直読できるので、従来のようにグラフ用紙または計算により逆算する必要がなく、省力化に役立つ。ただし、メータ表示(200—10)ではこの機能はない。

(3) 長時間安定性の測定

ABS 0ラインの安定がよいことは、測定値の信頼性を高めるばかりでなく、測定者の心理的な面に及ぼす影響が大きい。根底となる基準がふらついては、測定に自信がもてなくなる。200シリーズでは、1日の変動を1カウント(0.001A)とした。

図5には対照側及び試料側吸収セルに蒸留水を注入し、24時間にわたり連続運転記録したものである。製造工程の品質管理で長時間の吸光度測定や緩やかな反応追跡などに威力を発揮する。

(4) ゼロサプレッションによるベンジルアルコールの測定

ゼロサプレッションは、吸収スペクトルを全体的に平行移動させ、この信号に記録計倍率をかけて部分的に拡大する機能である。

図6は、ベンジルアルコール水溶液を用いて高い吸光度を示す吸収ピーク部を拡大記録したものである。これからわかるようにA0—3スケールでは読取りがむずかしく誤差のおそれがあるが、図の③に示すようにゼロサプレッションを使用すれば□印がフルスケール(記録計レンジは×10倍の0.2V)に拡大記録され測定精度が著しく改善される。

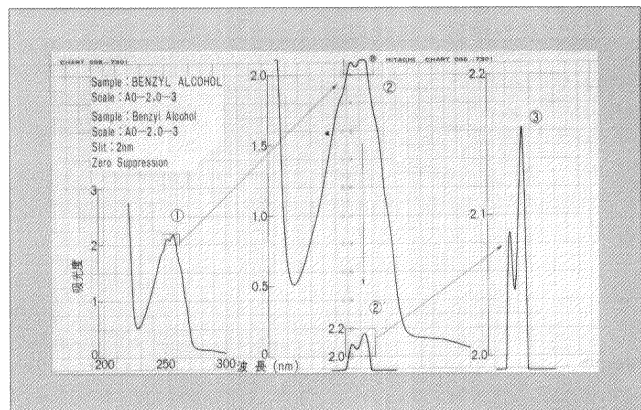


図6 ベンジルアルコールの吸収スペクトルの部分拡大

(5) 硝酸ネオジウムの微分スペクトルによる測定

近年、吸光分析の測定対象の拡張に伴い、微分測光が注目されている。微分測光は

- (1)吸収スペクトルの“肩”の識別及び波長位置の確認
 - (2)“濁り”による見掛けの吸収や溶媒自身の吸収スペクトルなどのいわゆるバックグラウンドの除去
- などに効力を発揮する。

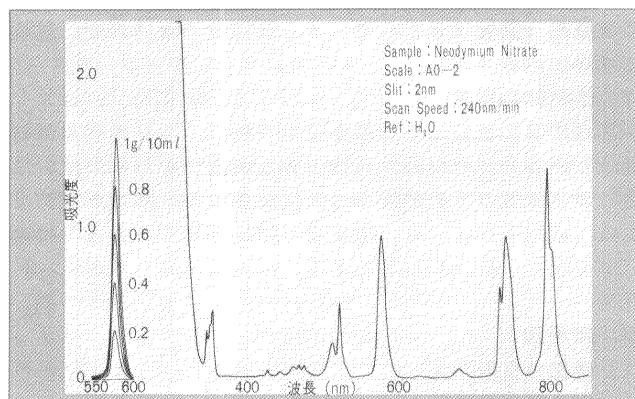


図7 硝酸ネオジウムの吸収スペクトル

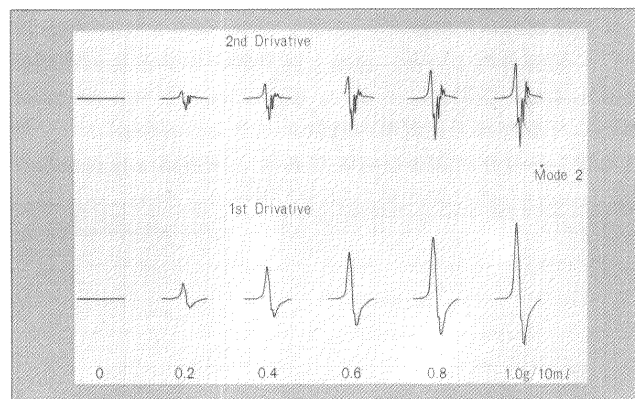


図8 硝酸ネオジウムの微分スペクトル

図7には硝酸ネオジウム水溶液の550—600nmの濃度と吸光度の関係を、図8には各濃度における一次及び二次微分スペクトルを記録したものである。一次微分では2本のピークが、二次微分ではさらにこれを微分するため“吸収

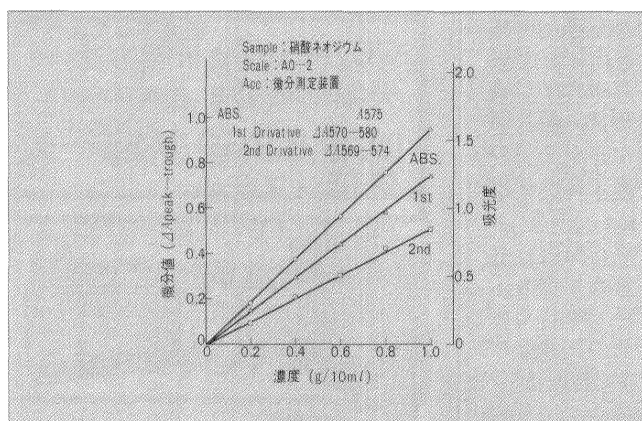


図9 ベンジルアルコールの各測光方式（0次、1次、2次）による検量線

スペクトルの“肩”が顕在化する。図7の吸収スペクトルからでは識別できない4つの“肩”（矢印）が明らかとなる。また、微分値 ΔA peak-troughもBeer's lawに従う。また図9に各測光方式による検量線を示した。

なお、本測定はX-Y記録針を用いた。図10には微分スペクトルユニットの外観を示した。

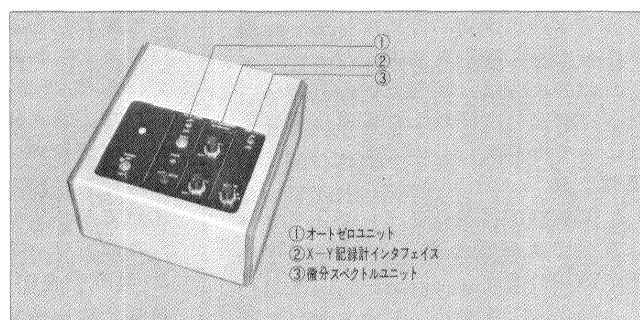


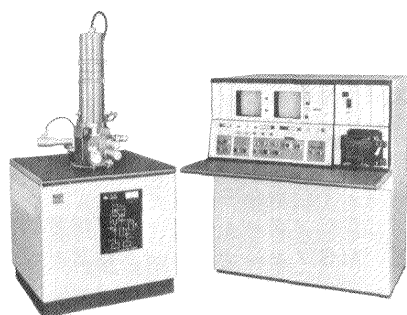
図10 微分スペクトルユニット

4. おわりに

以上、200シリーズの優れた機能のうち、その基本となる自記分光システムの特長及び性能について述べた。200シリーズはすでに市場で好評をいただいている124形ダブルビーム分光光度計の流れをつぐものであり、現在、シングルビーム形の分光光度計が使用されている部門でも普及ダブルビームのよさが注目されている。臨床医学や工場の品質管理、大学の実験室などに、活用されることが期待される。

Topics

高分解能(70 Å保証)
自動化による容易な操作
豊富な機能を備えた
S-500形
日立高分解能走査電子顕微鏡



S-500形 日立高分解能走査電子顕微鏡

S-500形は、従来より定評のある優れた分解能をもつ本体と、デザインを一新したディスプレイ部とから構成されています。

S-500形の特長は、簡単に操作できる多機能、高性能なSEMであることです。ディスプレイ部の操作パネルはつまみが少なくなり、すっきりしました。しかも7つをこえる新しい機能が

増えました。これは新技術の開発と自動化設計により実現したものです。

■特長

1. 高分解能

二次電子像モードで、分解能70 Å保証

2. 多くの機能をもったディスプレイ

(1) 2個の大形観察用ブラウン管

(2) 倍率自動表示

試料位置を変えても、焦点合せをするだけで、いつも正しい倍率が表示されます。

(3) クイック・リターンシステム

ワンタッチで撮影できます。撮影が終了と自動的にもとの観察状態にもどります。

(4) フルラピッド・スキャン

画質の良い静止像を、大形ブラウン管で観察できます。

(5) 自動画像調整ユニット

試料、加速電圧、ビーム電流などを変えても、画像の明るさ、コントラストは自動的に常に一定です。

(6) 自動データ表示ユニット

加速電圧、倍率スケール、フィルムナンバーをブラウン管、写真に自動的に表示・記録します。

3. 全自動排気システム

ニューマチックシステムを採用し、全自動排気です。安全装置も完備しています。

4. 多目的試料室と豊富な付属装置

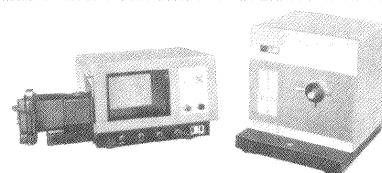
試料室は9つの予備ポートをもって

おり、豊富な付属装置と組合わせて多目的に使用できます。

5. 高信頼性と容易な保守

本装置には厳密な品質試験に合格した高信頼性部品が使われています。またセルフクリーニング絞りの採用により、保守の回数は大幅に少なくてすみます。絞りの交換も外部から簡単にできます。

明るく 観察が容易な
静止像表示方式
超コンパクトな卓上形
S-310形
日立走査電子顕微鏡



S-310形 日立走査電子顕微鏡

このほど、日立では、走査電子顕微鏡にとって理想の電子源といわれている電界放射電子源を利用した卓上形走査電子顕微鏡 S-310形を新たに開発いたしました。

電界放射を利用した機種としては、超高分解能をもつHFS-2形がありますが、S-310形は従来の走査像とは全く違った明るく、鮮明で、観察が極め



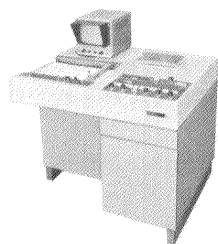
て容易な静止像表示方式を採用し、操作性を大幅に向上させました。

この静止像は、電界放射の高輝度・微小点源という優れた特性を応用してはじめて得られたものです。

■特長

1. 像観察が容易なクイックスキャン方式による静止像で、分解能 100 Å が得られます。
2. 静止像ですから、ピント合せ、非点収差補正に特殊な経験や技術を必要としません。
3. 電子光学系は完全無調整、操作系は全自動となっているので、上記の特長と合せてどなたにも簡単に操作できます。
4. これまでの走査電子顕微鏡の4倍以上の焦点深度をもっているので、試料を、±90°と大きく傾けても視野全域でピントが合い、容易に立体的な観察ができます。
5. 加速電圧は4kVですから、次のような低加速ビーム及びクイックスキャン特有の効果が得られます。
 - (a) 試料のチャージアップ障害が少なくなり、硝子などの絶縁物でも無蒸着で観察可能です。
 - (b) エッジ効果がなく、自然な凹凸感が得られます。
 - (c) 物質による二次電子イールドの差をとらえ易くなるので、コントラストが向上します。
 - (d) 電子の試料へのもぐり込みが少なくなるので、試料表面の微細な凹凸を忠実に拡大します。
6. 主排気系としてイオンポンプ、ソーバックポンプを採用しているので試料のコンタミネーション、鏡体の汚れが少なく、常時高分解能の観察ができます。

優れた操作性を備え
多様な測定ができる
**R-24B形 日立高分解能
核磁気共鳴装置**



R-24B形 日立高分解能核磁気共鳴装置

世界最初の本格的な簡易形高分解能核磁気共鳴装置として好評をいただいているR-24シリーズは、有機化学に基礎を置くあらゆる分野の研究、製品開発、品質管理、化学教育などが必須の化学分析手段として各方面で広く使用されております。

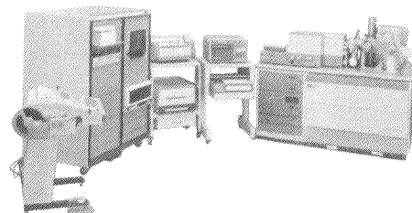
このシリーズに、このほど新たに、R-24B形を加え、用途の拡大に伴って多様化した測定上のご要求に応じられるよう、性能の向上と機能の拡張を行いました。通常のルーチン測定に対しては操作性を一層向上させるとともに、広幅での測定、正確な微細構造の解析、微量試料の測定など広範囲な測定のご要求に応じられ、さらに二重共鳴、インドールなどの応用測定、信号平均化装置によるS/N改善なども可能なように特殊付属品も用意しております。

■特長

1. 優れた操作性をもっています。
 - (1) ルーチン測定では押ボタンで測定パラメータを自動的に設定できます。
 - (2) 試料口カバーを展開して、試料導入や取出が自動的にできます。
 - (3) シフトとスケール拡大がワンタッチで同時にできます。
 - (4) レベル表示回路の使用により、試し書きせずに信号の大きさを最適値に合わせることができます。
 - (5) 試料ごとに位相調整を行う必要がありません。
 - (6) コンパクトな一体化構造で、移動の容易な可搬形です。
 - (7) 消費電力はわずか120Wです。
2. 優れた性能をもっています。
 - (1) 分解能安定性は抜群です。
 - (2) 1%V/Vのエチルベンゼンのエチル基メチレンシグナルで25以上のS/Nが得られます。
 - (3) 0.5Hz以下の線幅が得られ、微細構造の解析に威力を発揮します。
 - (4) 時定数の選択可能なフィルタを使用し、微量試料でもS/Nのよいスペクトルが得られます。
 - (5) インターナルロック使用で、0.3Hz以内のスペクトル再現性が得られます。
 - (6) 16～30℃の広い室温範囲で使用できます。
3. 付属装置が豊富で、多様な応用測定ができます。

インターナルロック・デカップラユニット、インドールユニット、信号平均化装置、X-Yオシロスコープ

GC/MSの分析能力を 大幅に拡大する 002形日立GC/MSデータ 処理システム



002形 日立GC/MSデータ処理システム

近年、生体成分、薬物代謝物、公害汚染物質などの研究において、ガスクロマトグラフ直結質量分析計は、分析機器として極めて重要な位置を占めつつあります。

このGC/MS分析において、測定中の情報を漏れなく利用するために、ミニコンピュータを用いたデータ処理システムにより全情報を集録し、目的に適した形でこれを使用することは、GC/MSの分析能力を一段と高めるもので、今後ますます活発に利用されるものと期待されています。

002形日立GC/MSデータ処理システムは、RMU-6MGならびにM-52形日立質量分析計用として新たに開発されたもので、写真は、M-52形との接続を示しています。

■仕様

中央処理装置

処理装置 HITAC 10II 4K, 8K
(32Kまで増設可能)

データタイプライタ

入出力制御ユニット

A/D変換器 12ビット

マルチプレクサ

コントロールユニット

GCスタート ストップ信号制御

MSスキヤナスタート ストップ

信号制御

マスマーカ信号取込制御

磁気ドラム

記憶容量 65 K語

平均待ち時間 10ms

磁気ディスク

記憶容量 2.5M語または5M語

平均待ち時間 50ms

X-Yプロッタ

プロット速度 X-Y軸

400ステップ/s

プロット間隔 0.1mm

ディスプレイ装置

ブラウン管 11インチストレージ管

有効表示面積 150×200mm

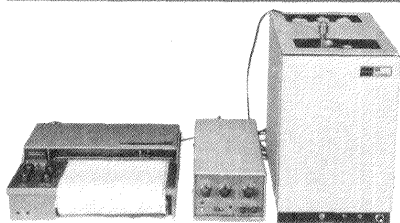
ハードコピー

紙テープ読取機 紙テープせん孔機

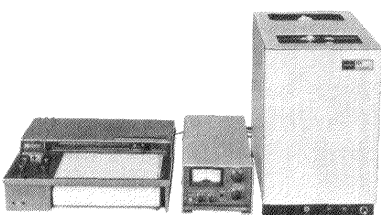
経済的な小形パーソナル専用機
しかも大形機なみの高性能

164形

日立ガスクロマトグラフ



164F形日立ガスクロマトグラフ



164T形日立ガスクロマトグラフ

163形日立ガスクロマトグラフのシリーズ製品として、このほど日立では164形日立ガスクロマトグラフを発売しました。

164形は小形ながら大形機に匹敵する性能を備え、1人1台から1人数台への本格的な小形専用ガスクロマトグラフです。操作性、互換性など、シリーズ製品としての数多くの特長が生かされています。

■特長

1. 大きな縦形カラムオープン

カラムオープンの内容積が大きいので、長いカラムを取容できるばかりでなく、内部操作も容易です。

2. 床面積の小さいコンパクトな設計

流量調節と温度制御の機能を備えた本体部の床面積は幅298×奥行445mm、TCD電源、FID増幅器などの操作部は幅185×奥行410mmと小さく、記録計(架台併用)を含めても横幅は800mm程度に納まります。

3. 日立ケミカラムが使えます。

香料成分の分析や生化学、薬品関係の分析に高い分離能で威力を発揮するケミカラムを取付けることができます。

4. オンカラム、オンディテクタ方式

FIDを用いる場合、ガラスカラムは検出器先端まで挿入され、完全なオンディテクタになります。

5. ガラスインサート気化室が標準

ステンレスカラム、ガラスカラムのいずれにも適用できるガラスインサート気化室が標準になっていますから、生体試料分析など注入部の汚れやすい分析にも好都合です。

6. 163形ガスクロマトグラフとの共用化

IC化により高信頼性を得ている163形のTCD電源、FID増幅などのユニットがそのまま使えます。

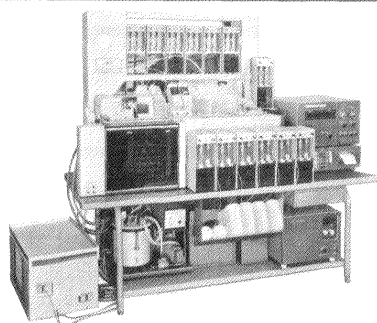
7. 電源負担が少ない。

最大消費電力は約1kVAであり100V、10A以上の容量をもったコンセントに差込んで使える手軽な省電力タイプです。

8. コンピュータ、インテグレータとの直結可能

コンピュータまたはインテグレータを直結し、複雑なピークの面積計算、成分化計算を自動的に打出すことができます。

600形日立自動分析装置による水質分析



600形日立自動分析装置

600形日立自動分析装置は、工業分析用の2成分同時定量形の自動分析装置で、臨床化学分析用の500形日立自動分析装置の姉妹機です。両機とも、その機能は、試料採取、試薬添加、加温放置、吸光度測定、比例計算など用手分析の基本操作を自動化したもので、類似した組成をもつ多数の液体試料中の特定成分を連続定量するのに最適です。600形は、河川水、工場排水、海水など(例えばJIS K 0101、JIS K 0102)の水質の比色分析をはじめ各種の工業分析に広くご利用いただけます。なお、ご要望によっては、仕様変更のできる箇所もありますから最寄りの当社営業所までご相談下さい。

■特長

1. 既存の分析法の適用が容易です。

反応時間は6～72分の間で任意に選ぶことができます。また、反応温度は15～60℃の間で可変(ただし、25～37℃の範囲外は特別ご注文)となっています。さらに、ディスクリット方式なので、装置の動作原理が用手分析と類似しており、自動分析法のプログラミングが簡単です。

2. すぐれた再現性を示します。

ピペッタの再現性については試料50μlを試薬3mlで希釈した時、変動係数(CV)0.5%以下を保証しています。また、ディスクリット方式なので前試料の汚染は問題になりません。

3. 分析結果を迅速にプリントアウトします。

分析結果を、濃度でプリントアウトします。また、1時間に最大120試料を効率よく測定します。

4. 多成分の測定が可能です。

切換装置を使用して、6成分まで簡単に切換えて測定できます。6成分以上の試料についても切換測定が可能です。

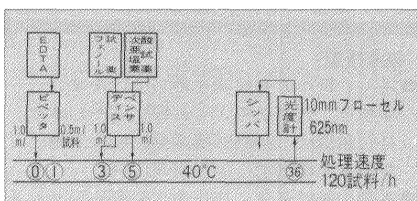
■応用例

1. アンモニウムイオンの自動分析(インドフェノール法)

1.1 試薬

- (1)EDTA: EDTA2ナトリウムの7gを蒸留水に溶かして1lとします。
- (2)フェノール試薬: フェノール16.0gを約800mlの蒸留水に溶かし、さらにニトロプルシッドソーダ80mgを加えて溶かし、全量を蒸留水で1lにします。
- (3)次亜塩素酸試薬: 水酸化ナトリウム8.0gを約800mlの蒸留水に溶かし、次に次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素約4%)の8.0mlを加えて混合し、全量を蒸留水で1lにします。

1.2 分析ダイアグラム



1.3 定量範囲

検査中のアンモニア性窒素として、0.1～4mg/l¹⁾

2. 硝酸イオンの自動分析(プルシン法)

2.1 試薬

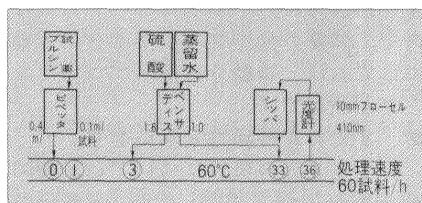


(1)ブルシン試薬：硫酸ブルシン7 水塩の0.321gを約60℃に加温した蒸留水に溶かして全量を100mlにする

(2)硫酸：(10+2)

(3)蒸留水

2.2 分析ダイアグラム



2.3 定量範囲

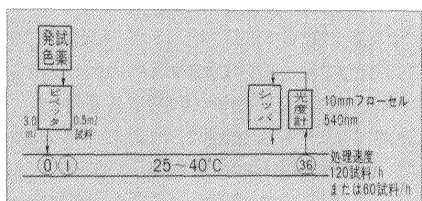
検水中の硝酸性窒素として、0.2～10mg/l²⁾

3. 亜硝酸イオンの自動分析 (ナフチルエチレンジアミン法)

3.1 試薬

蒸留水約1lに、塩酸21.0mlを加えて混合し、次にスルファニルアミド1g、N-1-ナフチルエチレンジアミン2塩酸0.1gをそれぞれ加えて溶かします。さらに、酢酸ナトリウム3水塩の27.2gを加えて溶かし、全量を蒸留水で2lとし、発色試薬とします。

3.2 分析ダイアグラム



3.3 定量範囲

検水中亜硝酸性窒素として、0.01～2mg/l³⁾

上記の分析で、試薬はすべて特級を使用しました。

4. その他の応用例

4.1 コバルト

ニトロソR 塩法 定量範囲0.2～20mg/l⁴⁾

4.2 リン酸イオン

モリブデン青法 定量範囲0.1～20mg/l⁴⁾

4.3 6価クロムイオン

ジフェニルカルバジド法 定量範囲0.2～3mg/l⁴⁾

4.4 シアンイオン

チオシアン酸第2水銀法 定量範囲0.5～10mg/l⁴⁾

4.5 Ca

オルトクレゾールフタレインコンプレクソン法 定量範囲3～100mg/l

4.6 Mg

キシリジルブルー法 定量範囲2～100mg/l

4.7 オキシプロリン

コラーゲンの加水分解溶液 定量範囲1～60mg/l

4.8 NaCl

チオシアン酸第2水銀法 定量範囲2～50mg/l⁴⁾

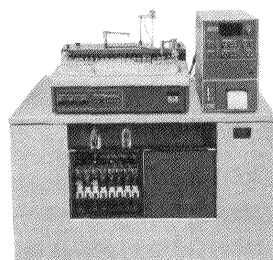
4.9 NaOH

メチルオレンジ法 定量範囲2～40mg/l

参考文献

- 1) 日本化学会編：分析ライブラリ3「臨床化学分析II」，東京化学同人（1968）
- 2) 斎藤他2名：分析化学，20，542（1971）
- 3) Jacobs, M. B. & Hockheiser, S. : Anal. Chem., 30, 426（1958）
- 4) JIS K 0102

703形 日立酵素反応速度測定装置



703形 日立酵素反応速度測定装置

703形 日立酵素反応速度測定装置は最近急速に臨床検査の分野で注目されてきた酵素の反応速度測定による検査手法を自動的に、しかも精度よく行うことができます。試験管のままで比色測定することも可能です。

臨床検査の効率を一段と高め、より正しい検査結果をもたらします。701形システム光度計の姉妹機として、日常検査に欠かすことのできない装置です。

■特長

1. サンプラをセットし、スタートボタンを押すだけで自動的に結果がプリントアウトされます。デリケートな酵素反応を正確なピペティング操作から、結果の表示（国際単位または常用単位）まで、すべて自動化しています。

2. 信頼性の高い光学系を採用し、安定したRate測定ができます。

四面回折格子を分散素子として用い、2波長測光方式を採用しています。測定波長の切換も容易で、しかも安定性の高い測定ができます。にがりや共存成分の影響も少なく、反応容器のキズなどに対しても有利です。

3. 3セットのピペッタにより、多項目測定ができます。

ピペッタ及びノズル部の交換により、3項目の切換えが容易にでき、効率よく検査を行うことができます。サンプルライン、反応ラインはフレキシブルチェーン方式で着脱、増結も容易です。

4. 既存の分析法が容易に導入できます。

シングルバイアル法、コンビネーション法ともに適用できます。

5. 比色測定も可能です。

試験管のままで精度の高い比色測定ができます。100検体をわずか12.5分で測定処理します。

〈編集後記〉

■謹んで新年の御祝詞を申し上げます。

本年も 何卒よろしくお願いいたします。日立製作所 計測器事業部、那珂工場、日製産業 精機部 編集委員一同

■本号の巻頭言は、南先生をお願いいたしました。理化学機器メーカーのエンジニアに対し深いご理解を頂くと共に、あるべき態度についてご指摘を頂き有難うございました。

■久能先生には、SEM試料のマイクロニプレータを使用した動的観察と、その前提

となる導電染色法の詳細について報告して頂きました。

■佐藤部長には、衛生化学の分野におけるフレームレス原子吸光分析の全般にわたり、詳細に報告して頂きました。

本 NEWS に関するお問合せは、下記へご連絡ください。

日製産業株式会社 精機部
東京都港区芝西久保桜川町2 第17森ビル
〒105 TEL (03) 501-5311

THE HITACHI
SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
WINTER 1975, VOL. 18 No. 4

発行 昭和51年1月1日

(年4回 発行)

発行人 湯川 清

編集人 野田 保 岩井孝之

発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部
東京都港区芝西久保桜川町2 第17森ビル
〒105 TEL (03) 501-7201

印刷所 日立印刷株式会社