

THE HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

 SPRING 1986
VOL.29 NO.1

U. D. C. 543.544.42.084.82-185.4:577.175.62:611.018.54

目次

生化学特集

報 文

- 高速液体クロマトグラフィーによる
血漿中プロスタグランディン
の分析……………遠山和彦
阿部修三 新井 仁 北田成浩…1
- 生体液分析用マルチカラム液体ク
ロマトグラフの試作と臨床応用…
高田芳矩 伊藤三男 佐竹尋志
塚田勝男 鷹野重威 三浦順吉
松原 恵 宮城宏行 井上 昇…7
- TLC/SIMSシステム
——新しい分離分析複合シス
テムの誕生——……………加藤義昭
沼尻陽子 広瀬 博 高橋貞夫…10

解 説

- 125kV H-7000形日立電子顕微鏡
……………砂子沢成人 富田正弘
上村昌司 植木泰光 中沢英子…18
- 分析機器用簡易言語(Hi-Softy®)…
滝 正弘 安達吉史 広瀬 弘
前田芳夫 皆川定雄 野上太郎…22
- イオンクロマトグラフィー
……………塚田勝男
野上太郎 木村光良 出口喜三郎…27

トピックス

- A-1800形日立原子吸光/蛍光分光
光度計……………21
- 711形日立臨床検査用分光光度計…17
- L-5000形日立液体クロマトグラフ
コントローラ……………30
- L-3000形日立液クロ用マルチ測光
検出器……………17
- 宇宙の謎に挑む日立高性能回折格
子……………30
- 通産省選定グッドデザイン商品に、
3製品が選定さる。……………30
- 第21回応用スペクトロメトリー東
京討論会/付設展……………6
- 第5回日立マスマユーザーズカンファ
レンス……………31
- セミコンジャパン'85開催さる……………31
- 第1回北京分析測試学会及び展覧
会開催さる……………32

生化学特集

報 文

高速液体クロマトグラフィーによる 血漿中プロスタグランディンの分析

Analysis of Prostaglandine in Plasma with HPLC

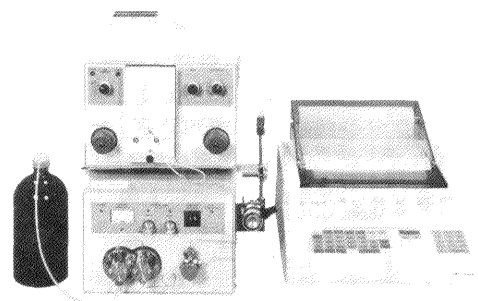
 遠山 和彦* 阿部 修三** 北田 成浩*** 新井 仁****
(昭和61年1月8日受理)

1. はじめに

プロスタグランディン(以下、PGと略す)は、1933年 Gold Blatt, 1934年 Von Eulerにより、それぞれ個々に発見された脂肪酸誘導体である。PGは、ほとんど全ての臓器・組織でつくられ、広範な生理作用を持つことが知られるようになった。現在PGの分析は、Enzyme immunoassay¹⁾も開発されたが、Radio immunoassay(以下RIAと略す)²⁾による分析が主流である。

しかし、RIA法は多数検体を同時に分析出来る反面、一度の分析で複数のPGの分析ができない。また、未知の物質の干渉を受け易く他のPGとのCross Activityを有する³⁾。さらに、特殊な装置を必要とし、一般の検査室では分析できないなどの問題点がある。そこで、我々は、これらの問題点に対処するため、9-アンスリルジアゾメタン(以下ADAMと略す)の簡易精製を行い、Reverse Phase-High Performance Liquid Chromatography(以下、RP-HPLCと略す)を用いて、PGの分析を行ったので、その成果を報告する。

なおADAM試薬及びPGの純品はフナコシ薬品から購入した。



655A形日立高速液体クロマトグラフ

* 埼玉慈恵病院 検査
** 株式会社ユニオン商会 技術
*** 防衛医科大学 第二病理, 医博
**** 碓氷病院 内科, 医博, 理博

2. 方 法

2.1 検体の前処理 (図1)

EDTA-2 Naの加末梢血を除塩, 除蛋白質の目的で, 検体 1 ml をセントリフローCF25 (アミコン社製) を用いて, 4°C 1000G・20分間遠心した。得られたろ過液全量にクロロホルム 1 ml を加え, 3分間振盪した。これを約10分間静置

した後, クロロホルム層から 0.5 ml 採取し, 窒素ガスで蒸発乾固し, 分析まで -20°C で保存した。

2.2 RP-HPLC

機器はすべて日立製を使用し, 図2のように, 溶離液と洗浄液の切り換えコックを取りつけた。カラムは, 3 μ m ODS (Hitachi Gel #3057) の充填剤をクロロホルムを使用して, 4 ϕ × 150 mm のカラムに, 500 kg/cm² で加圧充填した。このカラムは, 理論段数 13000 段であった。溶離液は, CH₃OH : H₂O = 76.5 : 23.5 に調製した。ポンプの流量は 0.7 ml/min, 蛍光検出器の条件は, Time constant 3 sec, Ex = 365 nm, Em = 412 nm, および記録感度は ATT 2 で行った。

2.3 ADAM試薬の精製

ADAM試薬は, CH₃OH で 1 mg/ml の濃度にして超音波を利用して溶解した。これを -20°C・48時間静置し, コロイド状の物質を析出させる (図3)。この後, バイオビーズSX-2 (バイオラッド社製) を, 20 kg/cm² で充填したカラムを使用し精製を行いPG分析時に, CH₃OH で適宜希釈して使用した。また, 参考のため, 精製前ADAM試薬と精製後ADAM試薬を, 5 μ m HPTLC (ワットマン社製) を使用して, 展開液を CH₃OH : H₂O = 50 : 50 (V/V) に調製し展開した。

2.4 PGと脂肪酸・胆汁酸の関係

検体の前処理の段階で, 脂肪酸・胆汁酸の除去ができないので, これらの純物質を用い, PGの分析を行う際の妨害物質となりうるか, その溶出時間を比較した。機器は, すべて同一のものを使用した。脂肪酸は, 主なPGより溶出時間が遅いため, ポンプ流量を 0.7 ml から 1.0 ml/min に変更した。溶出時間の比較に用いた脂肪酸は, 生体内で産出され, RP-HPLC で溶出時間の速い C18 : 3 リノレン酸, C14 ミリスチン酸の純物質を用いた⁴⁾。

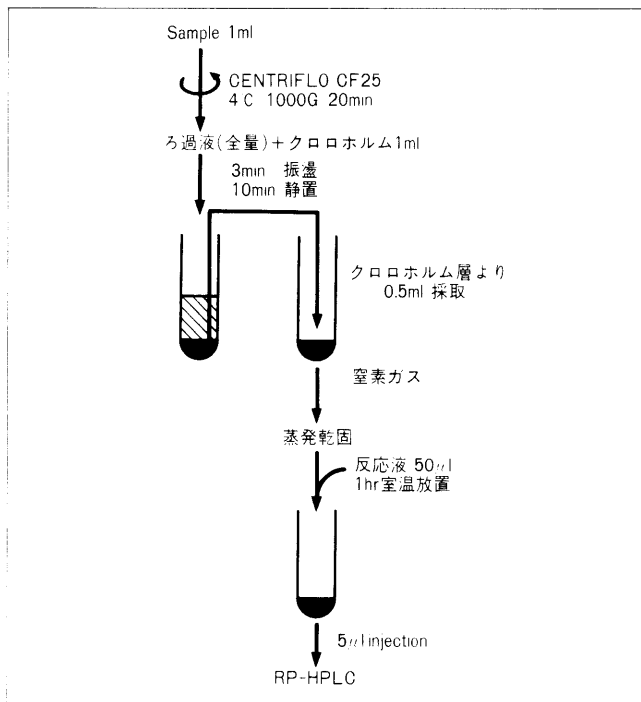


図1 試料の前処理

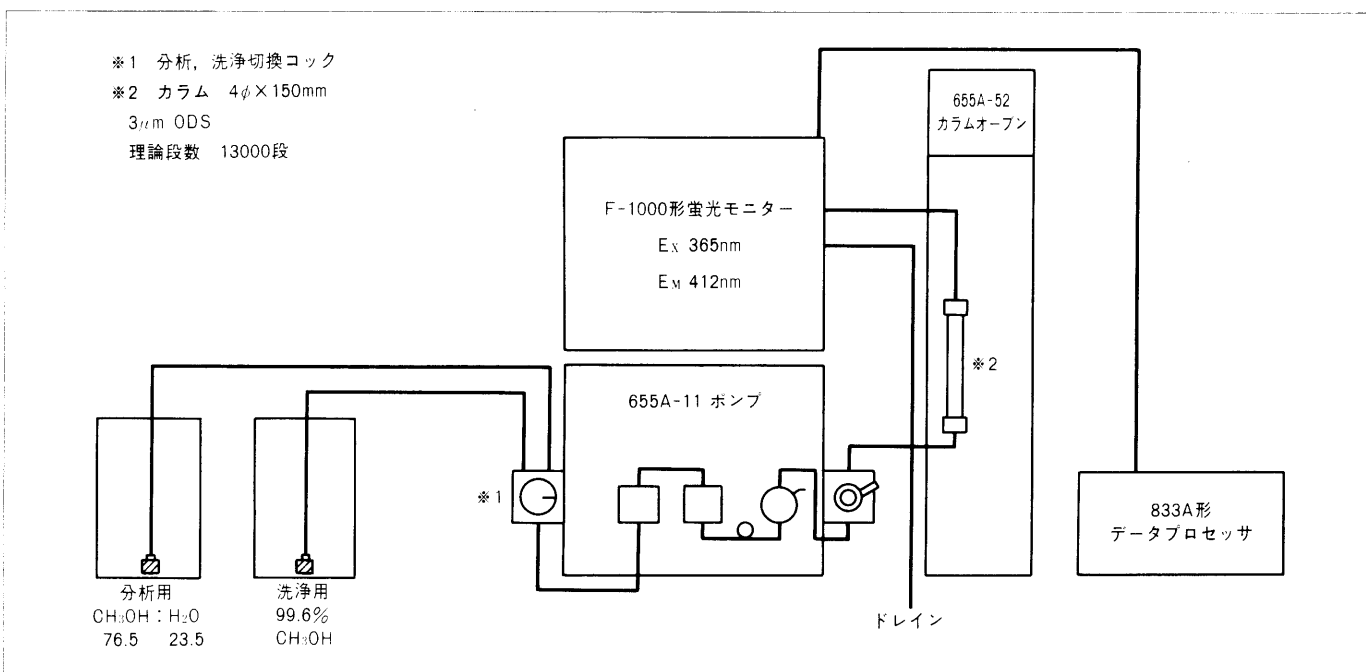


図2 PG分析用HPLC

2.5 PGの同定

PGの同定は、その純物質と溶出時間が一致し、且つ分析条件を変更しても、溶出ピークが単一である場合、純物質のPGと同一物質であると考えた。

3. 結果および考察

3.1 ADAM試薬の精製

ADAM試薬は、図4のようにCH₃OH溶液では、CH₃OHに不溶な成分（I）、分子量の大きな成分（II）、分子量の小さな成分（III）の3成分からなり、精製後のADAM試薬は、成分（I）および（III）が減少した。この結果、妨害物の少ないADAM試薬のベースラインが得られた（図5）。なお、ADAM試薬は、ロット間で妨害物の含有量が異なるため、注意が必要と思われる。ADAM試薬の濃度とPGのピ

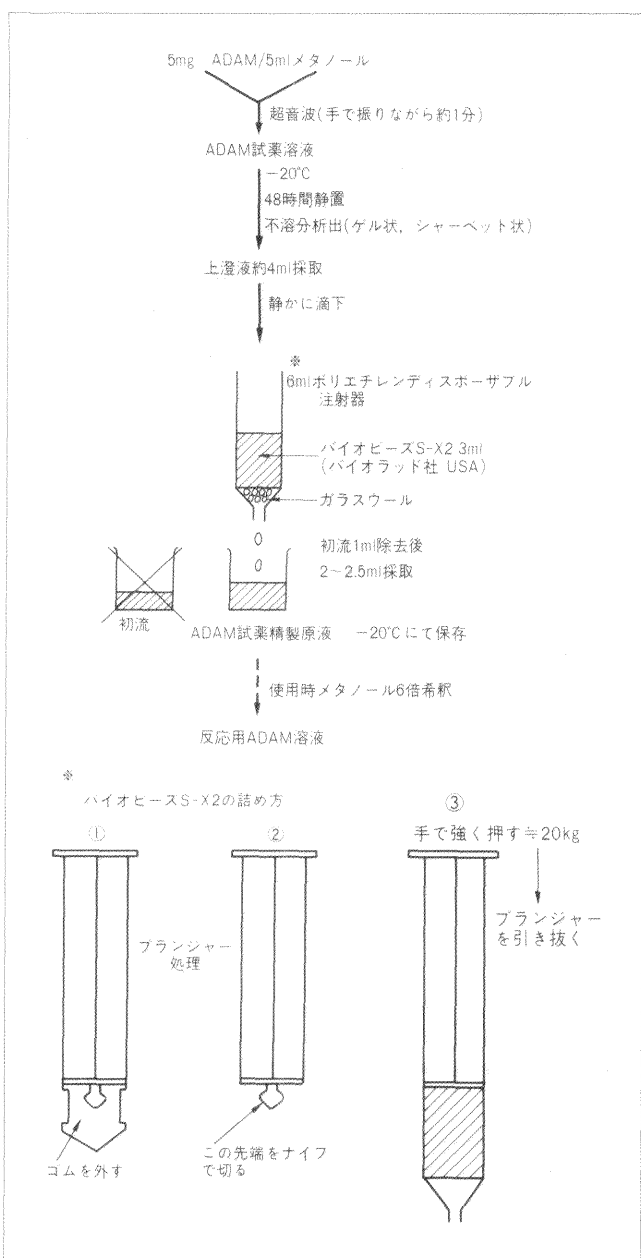


図3 ADAM試薬の精製

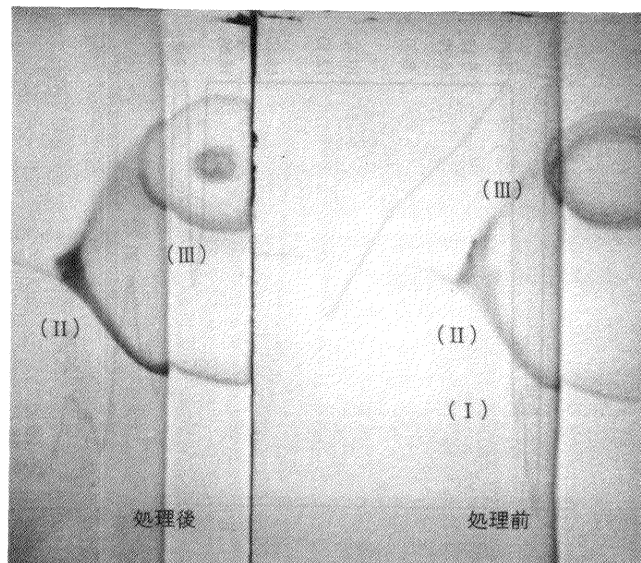


図4 HPTLCによるADAM試薬の分離

ーク高さの関係を図6に示した。ピーク高さは、ADAM試薬をCH₃OH溶液として用いた場合、ADAM試薬の濃度0.5~1.0mg/mlでは、ピーク高さはほとんど変化せず、0.5mg/ml未満の濃度では減少した（図7）。しかし、ADAM試薬の妨害物が少なく、PGの分析に十分なピーク高さの得られる濃度として、精製後のADAM試薬を、CH₃OHで0.167mg/mlに希釈し用いた場合は成績が良好であった。

3.2 PGと脂肪酸・胆汁酸の溶出時間の比較

C18：3リノレン酸は53分、C14ミリスチン酸は62分に溶出した（図8）。また、胆汁酸は、脂肪酸と同条件で溶出させた結果、ADAM試薬の分解物とともに溶出した。したがって、これらの物質は、主なPGの分析を行う際の妨害物質とならなかった。なお、主なPGの分析は約45分で終わるが、脂肪酸等は、同一条件下での溶出が遅く、カラム内に保持されているため、切り換えコックを洗浄液に切り換え、カラム内の残留物質として溶出する。

3.3 PGの分析

生体内で産生された微量の15-Keto-PGF₂α, PGF₂α, Thromboxan B₂, PGE₂, PGD₂, 6,15-Keto-13,14dihydro-PGF₁α, PGE₁の分析が可能であった。また、定量域は1~1000pg/ml, 回収率は80%以上であった（図9）。

これらのことから、生体内で産生された微量のPGを分析する際にADAM試薬を用いてPGのプレラベル化を行い、RP-HPLCで分離し、蛍光検出器で検出する分析法は、種々のPGを正確かつ同時分析が可能である。

4. おわりに

以上のように、PGを分析する際、ADAM試薬を用いたプレラベル法により、脂肪酸、胆汁酸の影響を受けずに、ADAM試薬を簡易精製することによって、ADAM試薬中の妨害物質を除き、血中の微量のPGを、RP-HPLCで多成分同時に分析することが可能になった。この方法は、今後生体内でのPGの合成、または代謝経路の解明に有効な手段になると思われる。

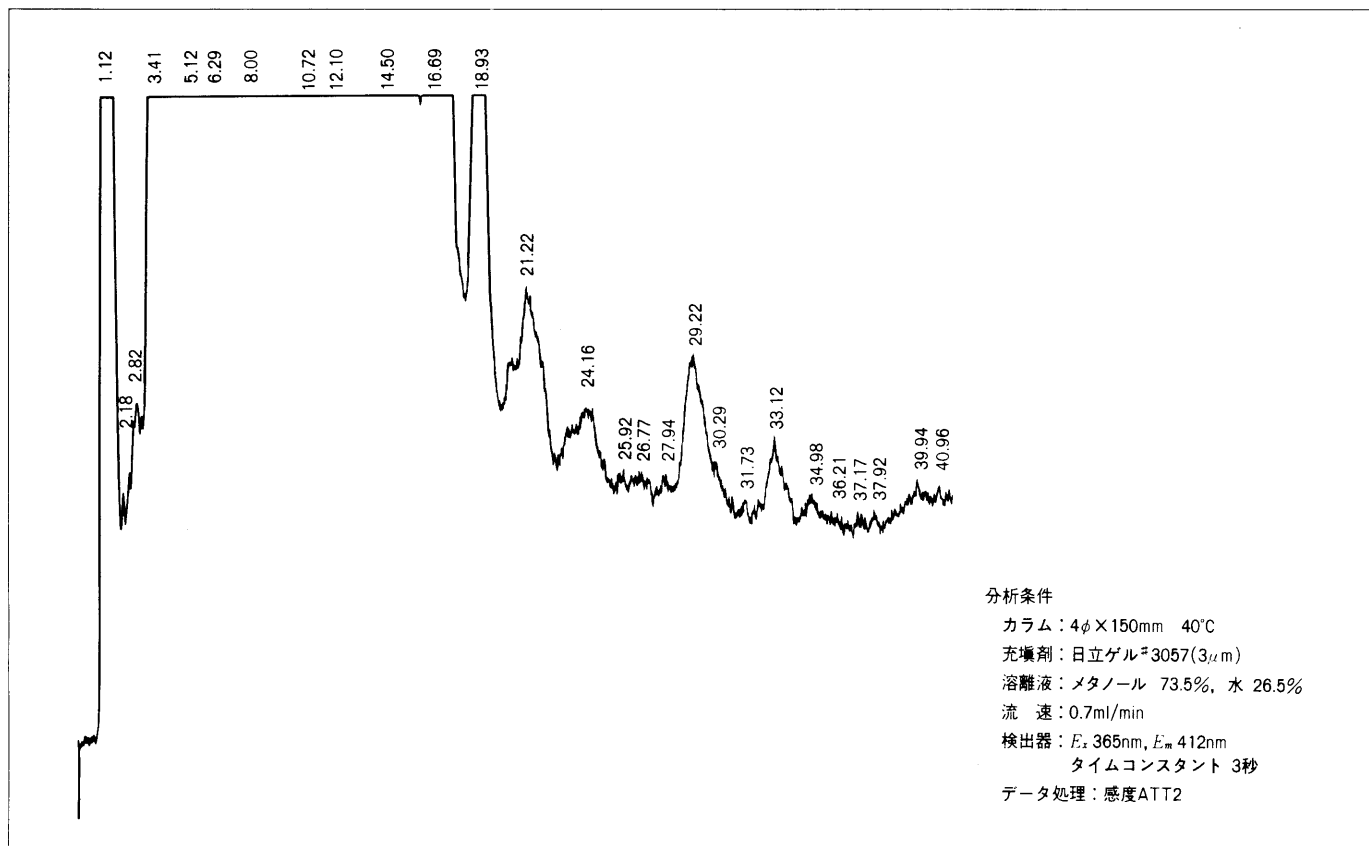


図5-1 RP-HPLCによるADAM試薬の溶出曲線

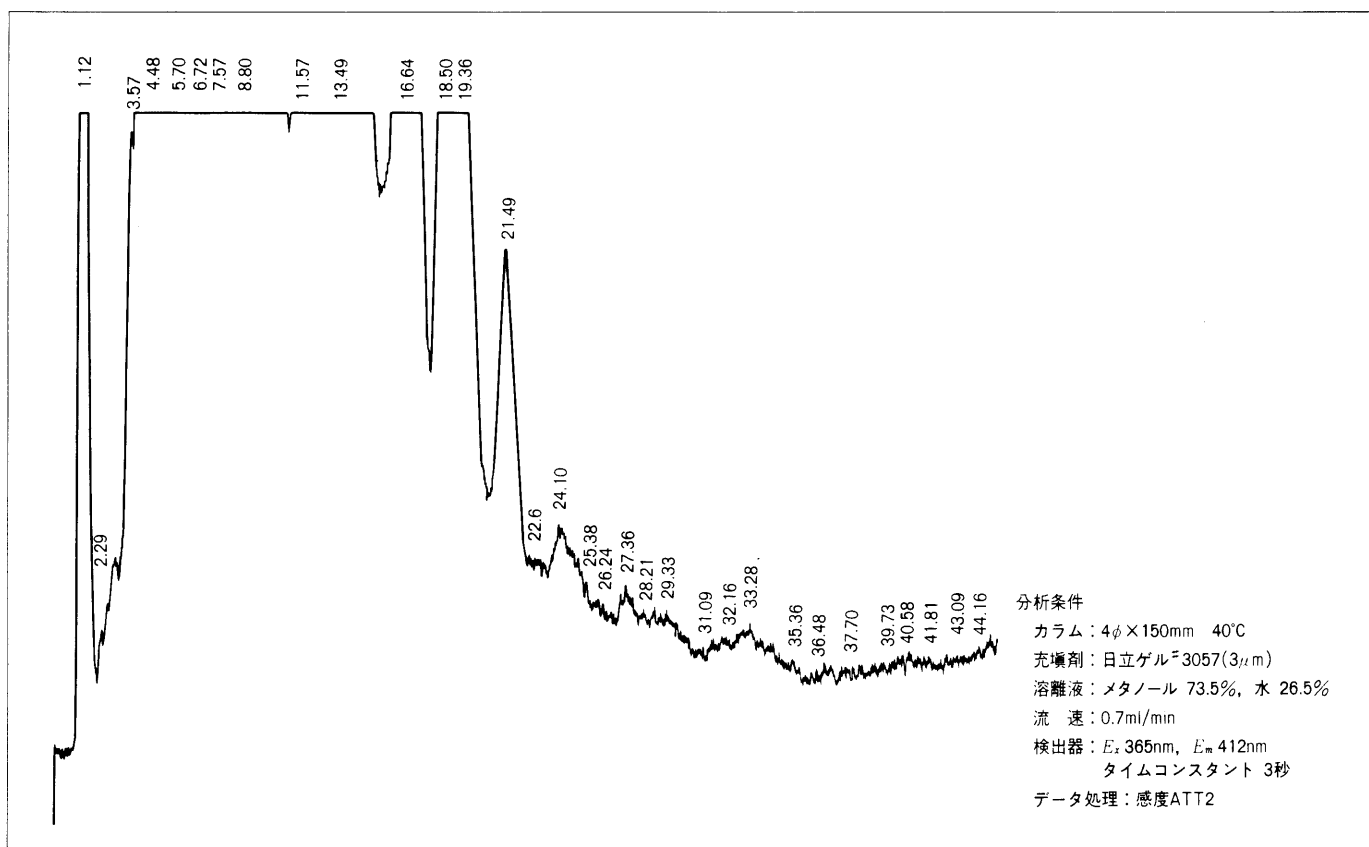


図5-2 RP-HPLCによる精製後ADAMのクロマトグラム

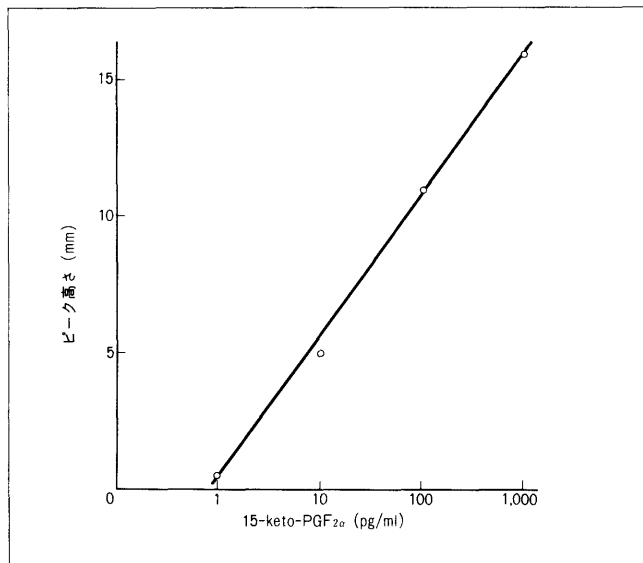


図6 15-Keto-PGE₂αの検出量線

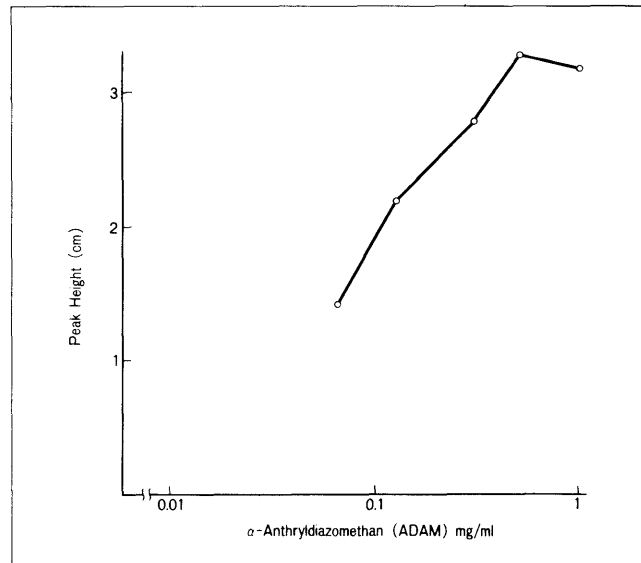


図7 PGE₂ピーク高さに及ぼすADAM量の効果

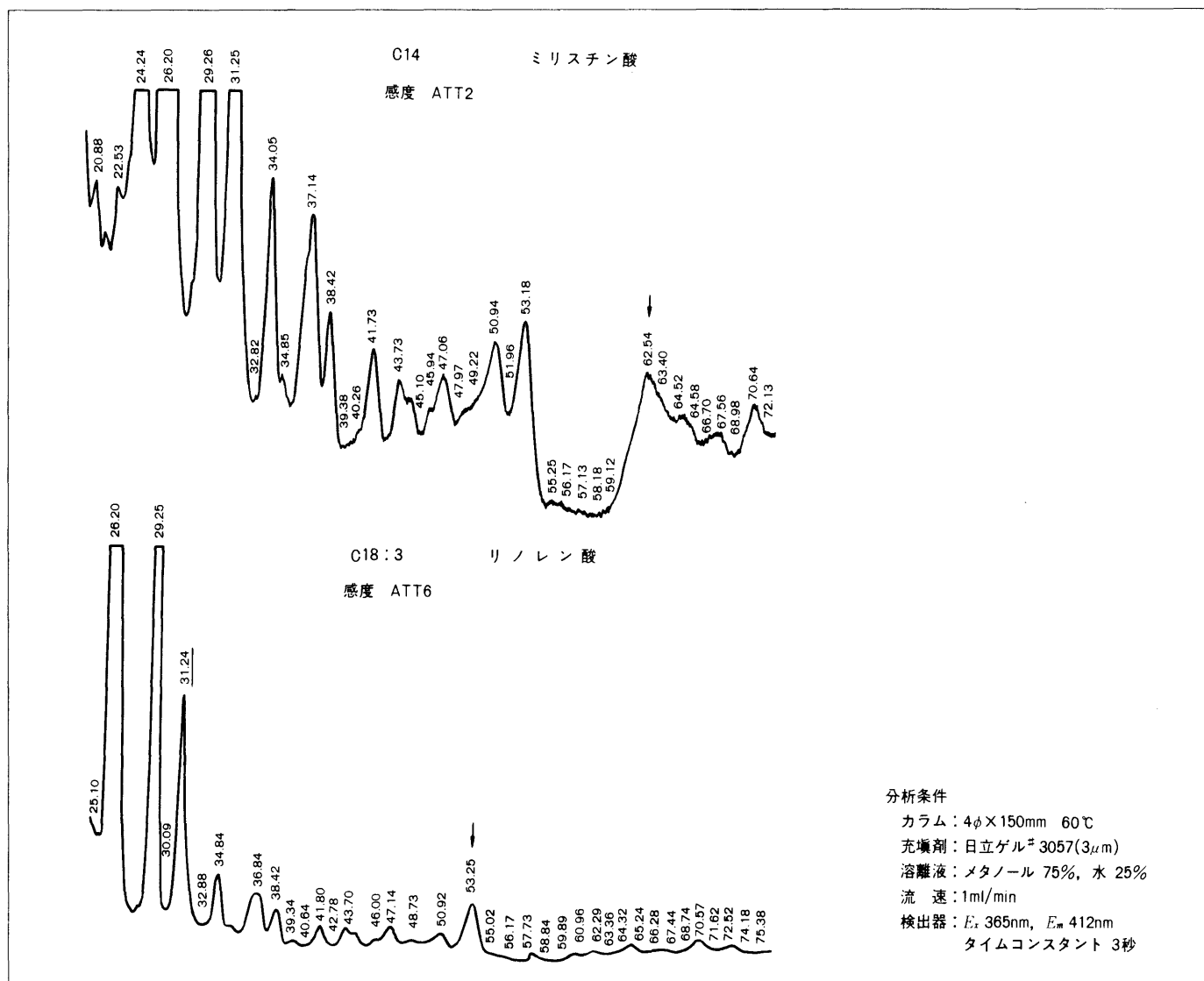


図8 脂肪酸の溶出曲線

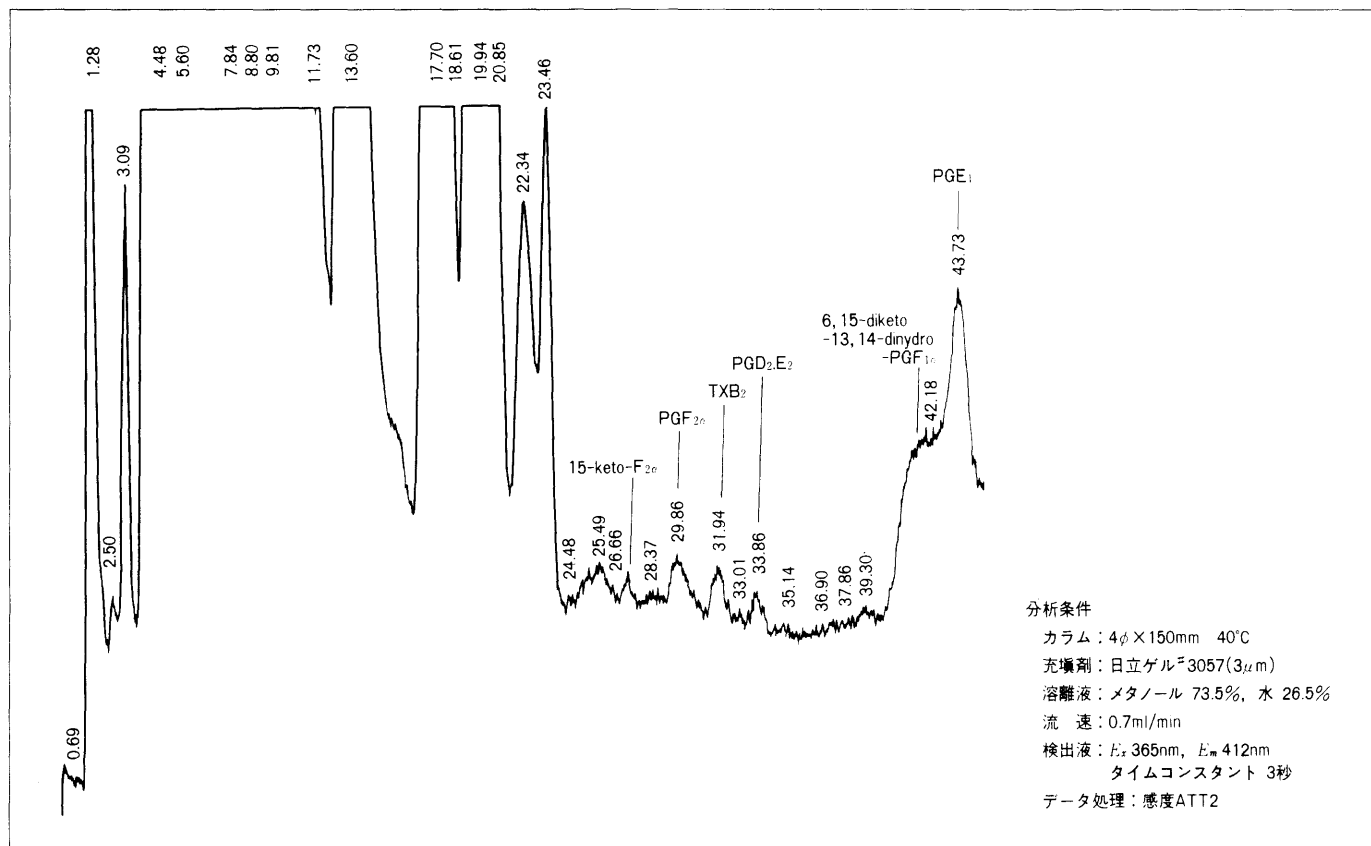


図9 PGの溶出曲線

参考文献

- 1) S. Yamamoto: Enzyme immunoassay, Prostaglandines, 27.3 366-367, 1984
- 2) Chang, D. G. B. and Tai, H. H.: A radio immunoassay for 6-keto-Prostaglandine E₁, Prosta. Lauk. Med., 8: 11, 1982
- 3) 石井富男・上原誉志夫: 測定, プロスタグランディンの新しい展開, 現代医療編集委員会編, 現代医療社, 東京p.124-121, 1984
- 4) 下村吉治・谷口清昭・他: 高速液体クロマトグラフィーによる血清遊離脂肪酸の同定と定量, 臨床検査 27.5: 561-564, 1983

Topics

第21回応用スペクトロメトリー東京討論会

掲題の討論会が、11月20日から22日まで東京都台東区民会館で開催された。本年は、日程が北京分析試験学術報告会及び日中分析化学合同討論会と重なるという悪条件で心配されたが、例年に劣らぬ盛会であった。討論会の主題は、「ハイテクノロジーとスペクト

ロスコピー」であったが、特別討論を中心に盛り上がりを見せた。中でも、「ラボラトリーオートメーションはいかにあるべきか」(前田浩五郎氏)の特別討論には、分析、システム両分野の関係者が参加し、反響が大きかった。また、「スペクトロメトリーの免疫医学への応用」(横山三男氏)の特別討論は、分析機器関係者にとってこれまでは疎かった分野に大きな課題があることを示唆していた。

一般講演に関しては、FT-IR関係の講演に最も参加者が多く、従来の赤外分光関連も盛会であった。赤外に関しては、データベースが今後の大きな課

題と思われる。

今回、分析機器展が討論会から分離して別に計画されているため、小規模の付設展示会のみが開かれた。討論会においてFT-IR関係が盛況であったのと若干趣を異にし、展示会においてはクロマトグラフ関係の展示が多かった。特にクロマトグラフ用データ処理装置、小規模分取液クロ等の展示場が活況を呈していた。日製産業のブースにおいては、LCコントローラ、インテグレータ、オートサンブラ等を通信ラインで結びつけた液クロトータルシステムが注目を引いた。

(野上太郎 記)

生体液分析用マルチカラム液体クロマトグラフの試作と臨床応用

Multi-Column HPLC for Analysis of Physiological Fluids and Its Clinical Application

高田 芳矩* 伊藤 三男* 佐竹 尋志* 塚田 勝男* 鷹野 重威*
三浦 順吉** 松原 恵** 宮城 宏行** 井上 昇***

(昭和61年2月5日受理)

1. はじめに

急性肝不全時には全身性におこる著明な代謝異常を反映して、血液中に各種の有毒物質が蓄積し肝性昏睡、腎不全などの致命的な合併症の誘因となる。急性肝不全の治療法として、体外循環方式による肝機能補助装置の開発及び臨床応用が進められているほか、血液中に蓄積した有毒物質を除去する目的で、各種の血液浄化療法が試みられ有効性が報告されている¹⁾²⁾。しかし、肝不全の病態および有毒物質の本態については不明の点が多く、これら有毒物質の探索および治療のモニターとして高速液体クロマトグラフィー(HPLC)を利用した例もある³⁾⁴⁾。

我々は、ゲル濾過カラム(水系GPC)により血液中の成分を分子量に基づいて粗分画し、次いで、これらの分画をイオン交換など別のモードで分離するマルチカラム方式のHPLCを試作し臨床応用を試みた結果、興味ある成績を得たので報告する。

2. 方 法

2.1 対 象

正常人および急性肝不全の血漿を用いた。急性肝不全の例については血漿交換療法がほどこされた期間中連続的に分析を行った。

2.2 装 置

図2に試作装置の流路構成を、また図1にその外観を示す。本装置は、送液ポンプ(2台)、低圧グラジエントシステム、波長可変UVモニター(2台)、カラム(水系GPC、高、中、低分子量成分に対して専用の保持カラム及び分析カラム計7本)、流路切換バルブ(5ヶ)、およびデータプロセッサー(システムコントロールも兼ねる)などから構成される。

ポンプ1は溶媒Gを吸引吐出してインジェクタに予めシリンジで注入された試料をプレカラムに導く。試料中の大きなゴミなどはろ過されてゲルろ過カラム〔日立化成(株)製 Gelpack GL-W530, 排除限界 5×10^4 〕を用いて大分子量域(約MW=50,000以上)中分子量域(約MW=50,000~2,000)小分子量域(約MW=2,000以下)に分離溶出する。

溶出した成分はUVモニター(1)で紫外吸収を測定した後、VO切換バルブを通して保持カラムに吸着される。VO切換バルブは、空気圧を併用した電動方式で任意の時間に切換えが可能で、目的の分子量域成分が溶出した時点で流

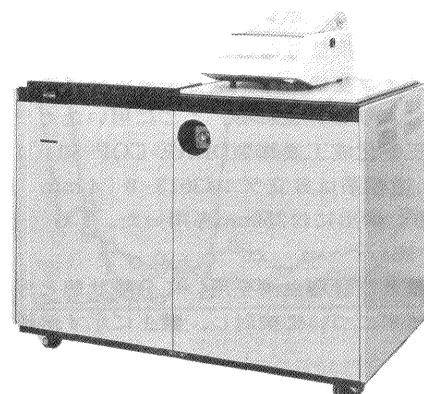


図1 試作装置

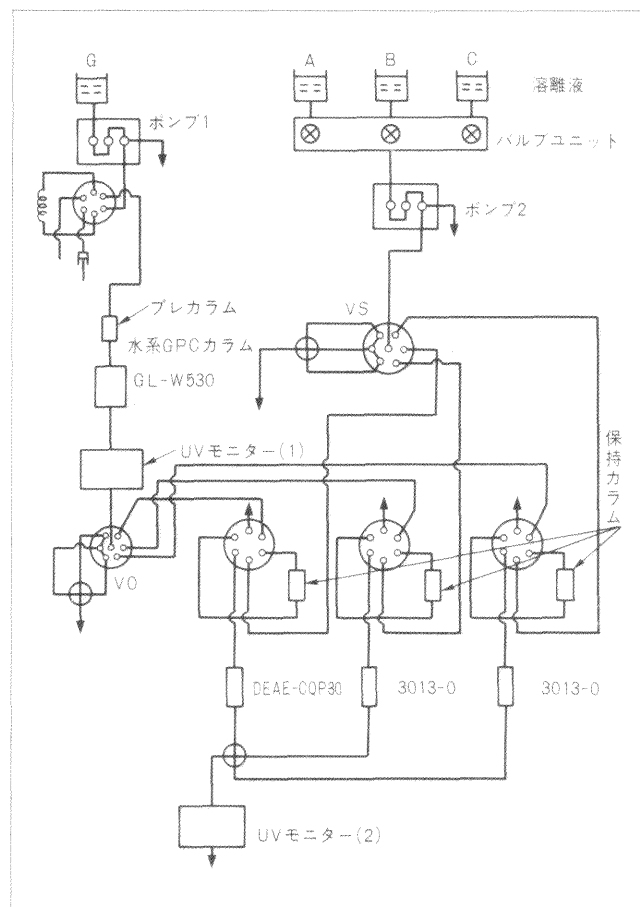


図2 流路構成

* 日立製作所那珂工場 光学装置設計部
** 日立製作所 中央研究所 第9部日研分室
*** 国立王子病院 内科

路を切換えて保持カラムにそれぞれの成分を吸着させることができる。

全分子量域の成分が保持カラムに吸着されるとポンプ(2)が動作し、A、B、C、3種の溶離液が設定された混合比率を基に吸引・吐出され、VS切換バルブ(VOと同等品で同期して動作する)を通して保持カラムに吸着された成分を脱着し、分析カラムで分離・溶出されUVモニター(2)によって紫外吸収を測定する。

モニターからの信号はデータプロセッサによってクロマトグラムを描き、停止信号が送信されると記録した全成分の溶出時間、ピーク高さ、ピーク面積値などを印字する。データプロセッサは、ポンプ(2)の溶液の混合比率、流量の設定、VO、VS切換信号などのコントロールも行う。高分子量成分はイオン交換、中・低分子量成分は逆相クロマトグラフィーにより分析される。ここに用いたカラムは、イオン交換は三菱化成工業(株)製DEAE-CQP-30(4mm i. d. ×150mm)、逆相系は日立ゲル#3013-0(4mm i. d. ×150mm)である。検出には250nmを用いた。

2.3 溶離液

標準蛋白質及び管理血清を用いて分離状態と保持カラムにおける吸着率について検討し、表1に示す溶離液組成を決定した。

表1 溶離液組成

試 薬 名	G	A	B	C
炭酸ナトリウム(無水)	1.59g			
炭酸水素ナトリウム	1.26g			
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン				1.82g
イソプロピルアルコール			500ml	
アセトニトリル			300ml	
塩化マグネシウム				24.39g
トリフルオロ酢酸		1.0ml	0.2ml	1.0ml
全 量 (l)	1.0l	0.8l	1.0l	1.0l

2.4 分析プログラム

分析プログラムは試料を分子量に基づいて分離し、各々の分画を保持カラムに吸着する吸着行程、それぞれの分画を分析する分析行程および保持カラムと分析カラムを平衡化する平衡化行程から成り、1サイクルの分析時間は約120分である。

3. 結 果

試作装置を用いて正常人と3月17日に肝不全患者から得られた血漿を分析した時のクロマトグラムを図2(1)~(4)に示す。図3(1)は水系GPCによるクロマトグラムで、特定時

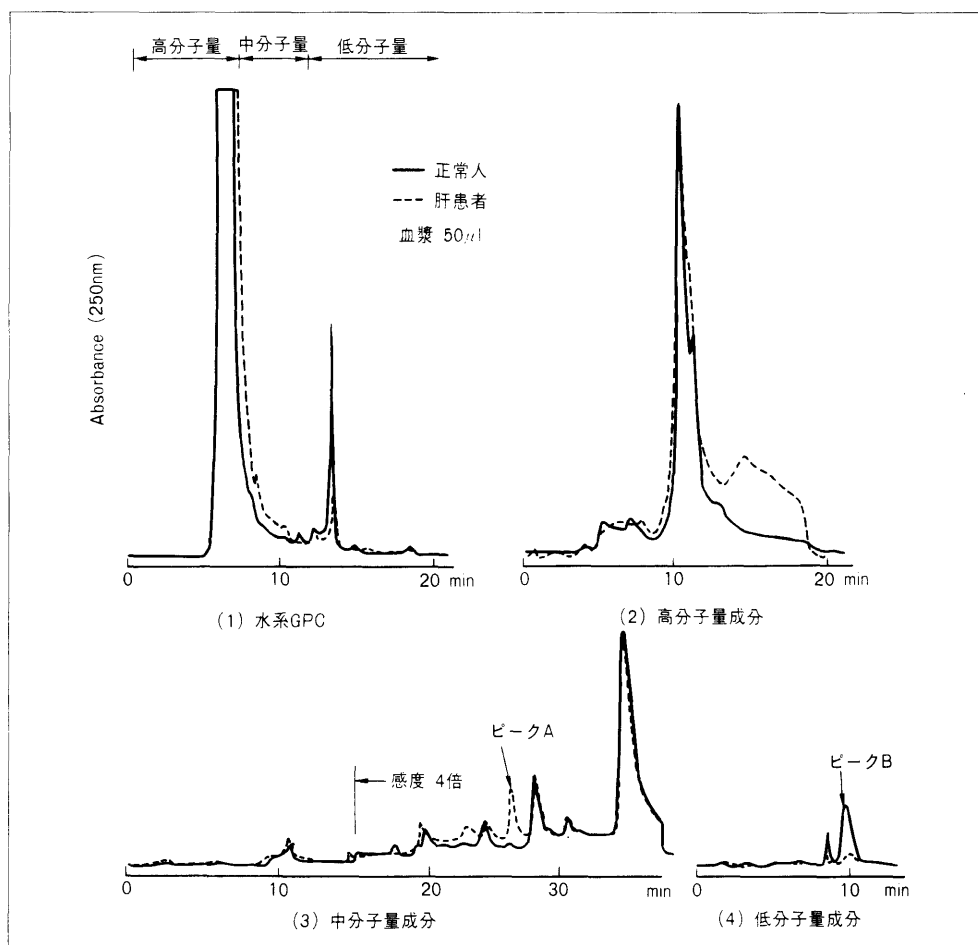


図3 正常人と急性肝不全患者血漿のクロマトグラムの比較

間ごとにバルブを切換え、それぞれ高、中、低分子量成分を保持カラムに吸着させた。このクロマトグラムは通常の水系GPCに比較して分離の状態が悪いが、これは保持カラムへの吸着率の関係上、溶離液の塩濃度を0.03mol/lと低くし、かつpHを約10としているためである。図3(2)~(4)は保持カラムに吸着された成分を脱着し、さらに分析カラムで精密に分離した時のクロマトグラムである。水系GPCでは正常人と肝不全患者のクロマトグラムの相違点はあまり顕著ではないが、これをさらに、異なる分離モードを利用して分析すると肝性昏睡を示した急性肝不全の症例では中分子量成分の領域に特徴的なピークが認められた〔図3(3)ピークA〕。また、低分子量成分の領域では、正常人には出現するが急性肝不全では著しく減少するピークも認められた〔図3(4)ピークB〕。

さらに図4には4月1日の上記肝不全患者血漿のクロマトグラムを示したが、第2の注目すべきピークCの出現が認められる。これらピークAとピークCの2つのピークについて血漿交換療法の期間中にピーク高さを測定した。この結果を図5に示す。入院時の血漿交換前後においてピークAの高さは半分に低下している。しかし、翌日の交換前には、また大幅に上昇し、治療により再び低下した。血漿交換療法を開始して4日目にはほぼ正常人と同じレベルになり、6日目から血漿交換前後のピークAの値が入院時の場合と逆転している。また、この時点でピークCの値が増加し、約11日間持続したが、4月2日に低下しはじめ4月3日には不幸な結果になった。

4. 成績ならびに考察

肝性昏睡を示した急性肝不全の症例では中分子量成分の領域に特徴的なピークA及びCを認めることができた。このピークAは血漿交換療法により減少し、救命例では病態の改善とともに消失した。非救命例においても血漿交換療法を反覆することにより、一定のレベルに維持することが可能であった。

肝性昏睡を示さない重症肝障害の症例では、この中分子領域のピークAは出現しないことから肝性昏睡に関連する

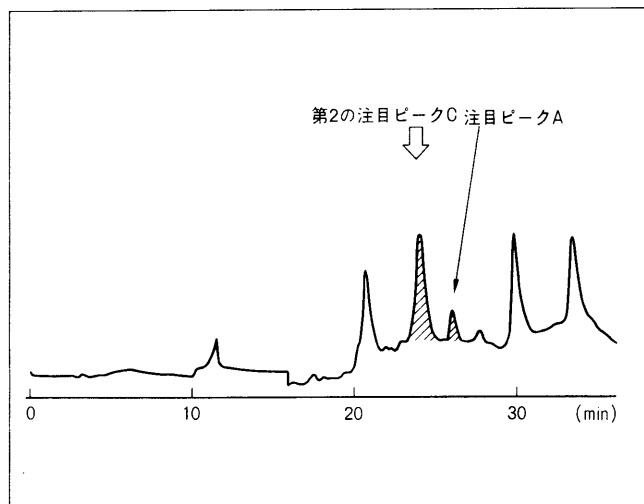


図4 急性肝不全患者血漿のクロマトグラム (中分子量成分)

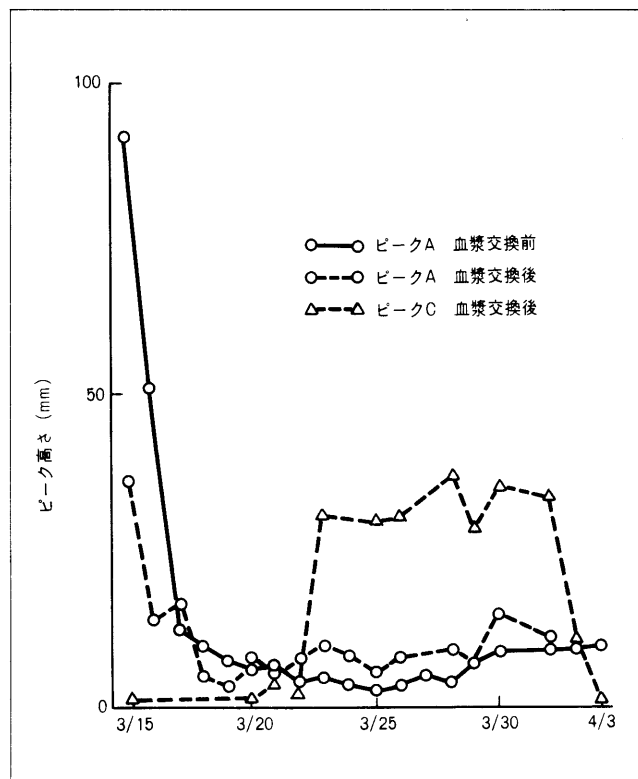


図5 注目ピークの推移

物質として注目される。また、劇症肝炎では中分子量成分の領域に、他の疾患では認められない第2の注目すべきピークCが出現するが病態との相関は明らかでなかった。

5. 結 言

急性肝不全時に血液中に増量する未知の中毒物質の分析を目的に、異なる分離モードを組合せたマルチカラム方式の生体分析用液体クロマトグラフを開発した。この装置を臨床に応用した結果、急性肝不全の病態と関連する特徴的なピーク成分を検出することができた。今後、これらの成分の分取・同定をすすめるとともに細胞毒性を確認することにより、更に合理的な肝機能保持治療のモニターとしての発展が期待される。

〔本研究は、通商産業省工業技術院の「医療福祉機器技術研究開発制度」委託研究の一環として行われたものである。また、内容については第1回エル・エス・ティ学会大会(1985年11月、於東京)において発表した。〕

参考文献

- 1) 井上 昇, 与芝 真: 日本臨牀, **38**, 219 (1980)
- 2) 与芝 真, 三條健昌, 井上 昇, 堺 隆弘, 岡田芳博, 織田敏次, 和田達雄: 日消病学誌, **77**, 1397 (1980)
- 3) N.Inoue, T. Ryu, T. Saoshiro, K. Koide, T. Oda, Z. Yamazaki, M. Yoshiba, K. Fujiwara and T. Wada, Proceedings of the 2nd Symposium on Therapeutic Plasma Pheresis (Tokyo), 345 (1982)
- 4) 井上 昇, 正木尚彦, 浜野吉政, 伊藤三男, 三浦順吉: 臨床化学会年会記録第23集, 950 (1983)

TLC/SIMSシステム

——新しい分離分析複合システムの誕生——

TLC/SIMS System

加藤 義昭* 沼尻 陽子* 広瀬 博* 高橋 貞夫*

(昭和61年2月5日受理)

1. はじめに

質量分析は、その与える情報の多さゆえに多くの有機化合物の分析に広く利用されている。質量分析に用いられるイオン化法の中でEI (Electron Bombardment Ionization) 法、CI (Chemical Ionization) 法が安定性、簡便性のために広く利用されている。しかし、この両イオン化法には、その前段に加熱気化が必要である。そのため、これに堪え得る安定な化合物のみがこれらイオン化法を用いて測定されてきた。一方、天然由来の化合物は多くの極性基(—OH基、—NH₂基、—COOH基など)を有しているものが多く、そのため難揮発性でかつ熱的に不安定なものとなっている。これら化合物のEI法、CI法などでの測定には、一般に、揮発性、熱安定性を増すためこれら極性基への化学的修飾を必要とされる。その場合特に微量成分の処理には熟練した技術を必要とし、その煩しさのゆえにこの分野での質量分析の普及を防げてきた。

近年FD (Field Desorption), SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry), FAB (Fast Atom Bombardment) 等のいわゆる気化を必要としないソフトイオン化法が開発され、今まで測定不可能であった化合物の多くが無修飾のまま測定可能となり、それらの有用性が広く認識されるようになってきた。しかし、これら新しいイオン化手法を用いても混合物の場合、得られるマススペクトルは複雑となり解析困難となることは従来の質量分析と何ら変りがない。

一方薄層クロマトグラフィー (Thin Layer Chromatography: TLC) はガスクロマトグラフィーGCや液体クロマトグラフィーLCなど他の分離手法に比して、装置らしい装置も必要とせず極めて単純で、操作も簡単である。しかも、その分離能力は高く、短時間に多くの試料を処理できることから、合成、天然物を問わず広い分野で利用されている。しかし、このように優れたTLCも成分の分離状況の把握のためには、染色や蛍光など光による確認や、TLCスキャナによるクロマト取得に頼るのみである。分離された成分の化学的構造情報は極めて乏しい。

以上のような特徴(長所、短所)を有するTLCとSIMSを結びつけ、GC/MSで分析できない化合物(混合物)の分析を行うことが試みられてきた。

中川らはTLCの優れた分離能力と質量分析MSの分析能力を結びつけた新たな分離分析手法の開発を精力的に進めてきた^{1)~6)}。はじめ、中川らはDirect TLC/MSとして質量分析計の直接試料導入部に装着するサンプルホルダを改良

し、試料の気化を制御したり、混合物を分離する方式を提案した。ここで用いられた分離手法は、サンプルホルダの形状から、薄層棒 (TLC-Stick) であった。更に中川らは上記TLC/MSを発展させ、背面に切り込みを入れたTLCプレート进行を考案した。このTLCプレートによる分離の後、スポットが存在するガラス部を割って質量分析計へ試料を導入し医薬品等の分析に応用した。上記二方式はイオン化の手段としてはEIまたはCIであるため、加熱気化に伴う熱分解の危険を避けるすべを持っていなかった。そのため中川らは、更にTLCとソフトイオン化のSIMSを組み合わせて、より広範な応用を図った。これはTLCプレートで分離した成分をかき取り、抽出などを行い質量分析計に導入する従来の方式でなく成分をとり囲むTLCプレートの領域を切りとり、SIMSのホルダに両面接着テープなどで保持し、MSへ導入するものである。更にこれを発展させ、TLCに展開分離したスポットを切りとらずTLCプレートをMSに導入し、展開方向に移動しながらSIMS測定するScanning TLC/SIMS法を開発した。これにより、TLCの分離能力とMSの分析能力の結合ができ、難揮発性化合物混合物分析への応用が可能となった。

また、飯田らは複合脂質の分析にこのTLC/SIMS法を応用した⁷⁾。はじめ飯田らはTLCにより分離した成分をFDで分析していたが、これら化合物がよりSIMSに適していることから、TLC分離後、かき取り、抽出してSIMS測定を行う方式へと分析手法を変更した。TLCスポットのかき取りを省略できるTLC/SIMSの後にScanning TLC/SIMSを試み、これにより糖脂質やリン脂質を μg オーダの量で充分分析可能であると報告している。

Scanning TLC/SIMSによれば、単にSIMSスペクトルの取得のみならず、特定イオンによるマスキングクロマトグラムが得られ、TLCの分離状態を把握できる点が大きな利点と言える。

筆者らは、このTLC/SIMS法を簡便に使用するために、データ処理による制御で作動するTLC/SIMS装置を試作し、いくつかの試料による測定を行った。

2. Scanning TLC/SIMS法

図1にTLC/SIMSの模式図を示す。混合物を展開分離したTLCプレートを展開方向に短冊状に切断しSIMS装置付の質量分析計に導入する。SIMS一次イオン源で生成加速された一次イオンは一次イオン収束レンズで収束され、TLCプレートを照射する。TLCプレート上の有機化合物はイオン化され、SIMSイオン源から放出され質量分析計によりマススペクトルを与える。TLCプレートを移動しながらマススペクトルを取得すれば、TLCプレート上に展開し

* 日立製作所 那珂工場

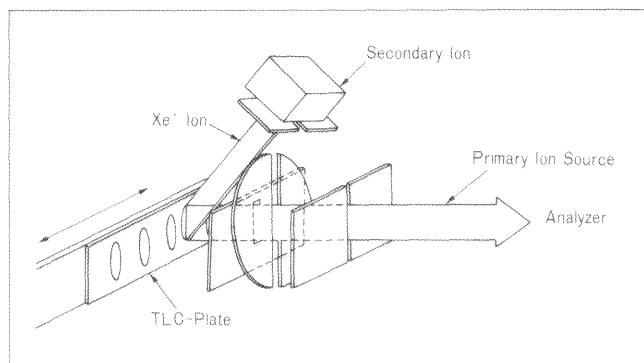


図1 TLC/SIMSの模式図

た成分の情報を全て取得できる。図2にTLC/SIMS装置を装着したM-80B形質量分析計のイオン源近傍の外観を示す。このTLC/SIMSは、SIMS装置を装着した質量分析計にTLC駆動装置を更に取付けたものである。図3にTLC/SIMS装置の概略を示す。TLCプレートを駆動するTLCプローブ、及びその制御用電源、TLCプレートが自由に制御できるコントローラ部、更にイオン源などから構成される。図4にTLCプローブの模式図を示す。TLCプレートは6 mm×60mmに切断し、TLCプレートホルダに取り付ける。このホルダは更にTLCプローブ先端部に装着される。プローブはパルスモータにより最大50mmの分析範囲でTLCプレートを移動できるようになっている。プローブは図5のコントローラ部により、データ処理と連動機能、原点への

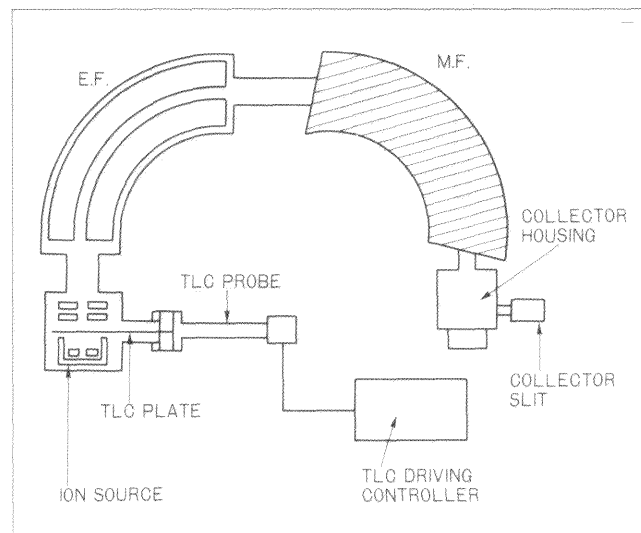


図3 TLC/SIMS装置の概略図

戻り、一時停止、移動速度の変更や設定が自由に行える。TLCプレートの移動は、図6のようにデータ処理と同期して動くことも、非同期でも動くことができる。マススペクトルはプレートが停止状態でも取得できるが、一般にプレートを移動しながらマススペクトルを取得する。取得されたマススペクトルはGC/MSの場合と全く同じ形式でディスク上に蓄えられる。そのため後のデータの処理及び出力等は、GC/MSの場合と全く同じ手順で行える。全イオンクロマトグラム (RTIC) や特定イオンによるマスクロマトグラムによりTLC上の成分の分離状態を把握できる。TICで分離状況が不明確な場合や、成分の重なりが不明の場合等には、マスクロマトグラムを利用することによって分離状況を明らかにすることができる。マスクロマトグラムと同時にSIMSマススペクトルが得られることから成分の構造情報が得られる。

3. TLC/SIMS測定の手順

TLC/SIMS法は以下の手順によって行われる。

- (1) アルミニウム、プラスチックシートTLCプレート (E. Merk, Darmstadt, West Germany) 上で混合物の展開を行う。
- (2) TLCプレート上の目的成分を含むエリア 6 mm×60 mmの範囲をカッタ等で切断する。
- (3) 切断されたTLCプレートをホルダに載せ、数 μ lの溶媒 (アルコールなど) 及びグリセロールをプレート上に一様に塗付する。
- (4) TLC/SIMSプローブに取り付けて真空排気後、MSへ導入する。
- (5) データ処理よりTLCプレートの移動及び磁場掃引を行わせ、データ収集を行う。
- (6) RTIC、マスクロマトグラムなどで成分の分離を見た後、マススペクトル等を出力させる。

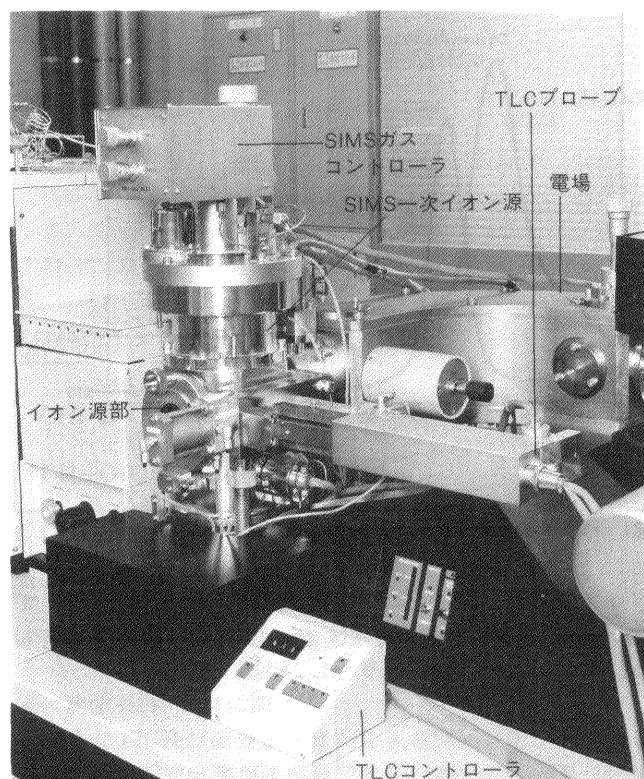


図2 TLC/SIMS装置外観

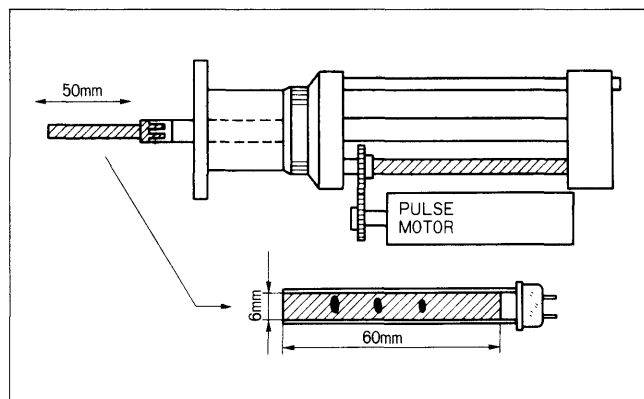


図4 TLCプローブ

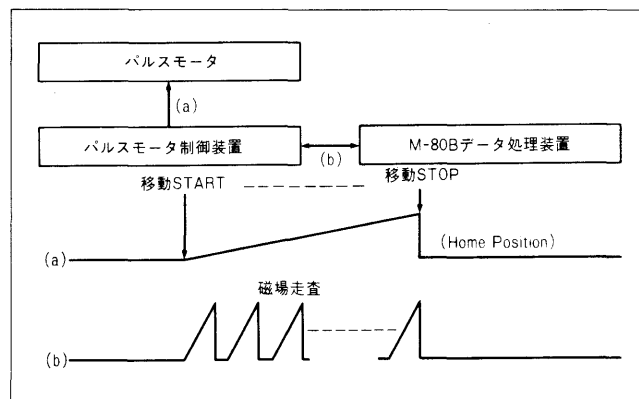


図6 TLC/SIMSの動作

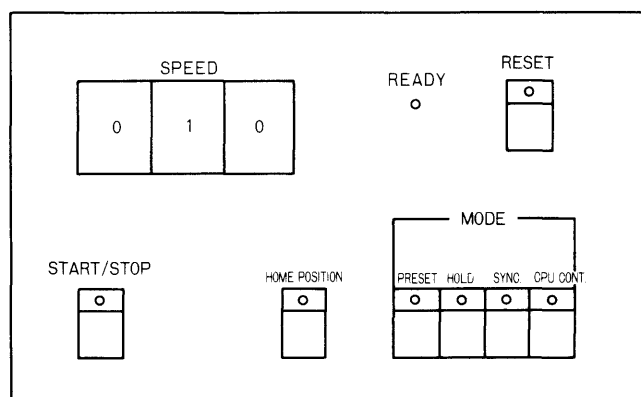


図5 TLCコントローラパネル

4. 应用

TLC/SIMSの評価のため、以下の試料の測定を行った。

4.1 ペプチド混合試料の測定

二つペプチドを等モル混合し10 μ gをTLCプレート展開MSに導入した。

- (1) 試料：Leu-Lys-Pro-Arg $C_{23}H_{44}N_8O_5$ (512)
Thr-Lys-Pro-Pro-Arg $C_{26}H_{47}N_9O_7$ (597)
- (2) TLCプレート：HPTLCアルミシート シリカゲル60
- (3) 展開溶媒：Butanol/Acetic Acid/Water
(4 : 1 : 2, by Volume)
- (4) 測定条件
プレート移動速度：4 mm/min
一次イオン：Xe⁺
一次イオン加速電圧：9 kV
二次イオン加速電圧：3 kV
マトリックス：グリセロール

図7に(M+H)⁺によるマスキロマトグラムを示す。グラフ上部にはTLCプレートの長さを、下部にはスキャン番号を示す。二つのペプチドの分離状況が明確に示されている。

図8に各成分のマスマスペクトルを示す。擬分子イオン(M+H)^{m/z}598, ^{m/z}513及びNa付加イオン^{m/z}610, ^{m/z}525が観察される。

4.2 リン脂質混合試料の測定

Sphingomyelin (C18 : 0, C24 : 1) と Dipalmitoyl

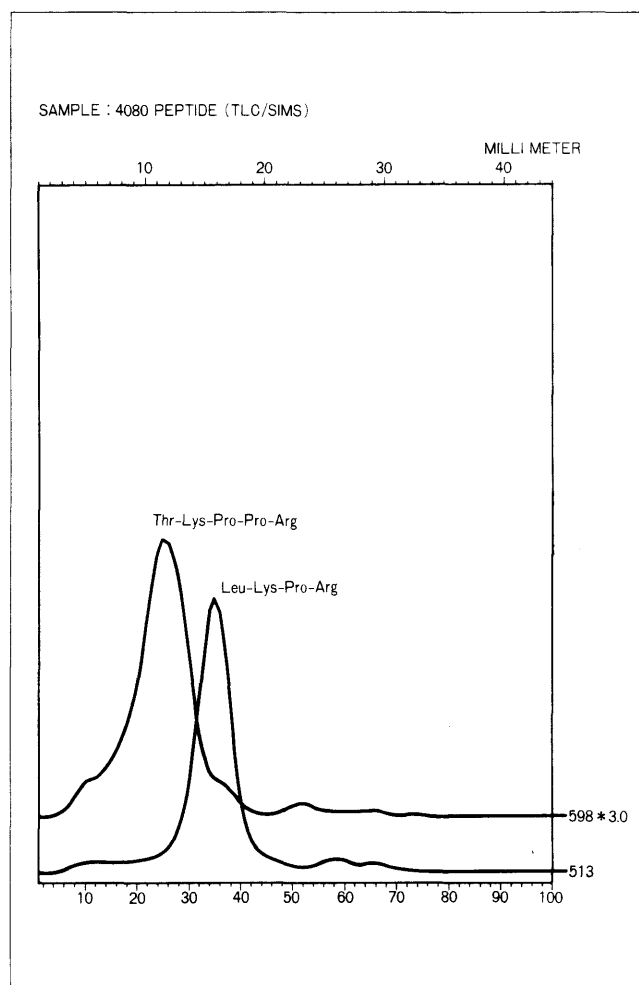
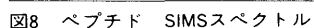
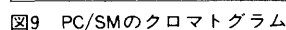
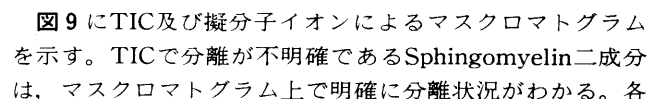
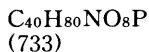
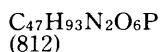


図7 ペプチドのマスキロマトグラム

Phosphatidylcholineの等モル混合しTLC展開測定を行った。


$$\text{C}_{41}\text{H}_{83}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}$$

(730)



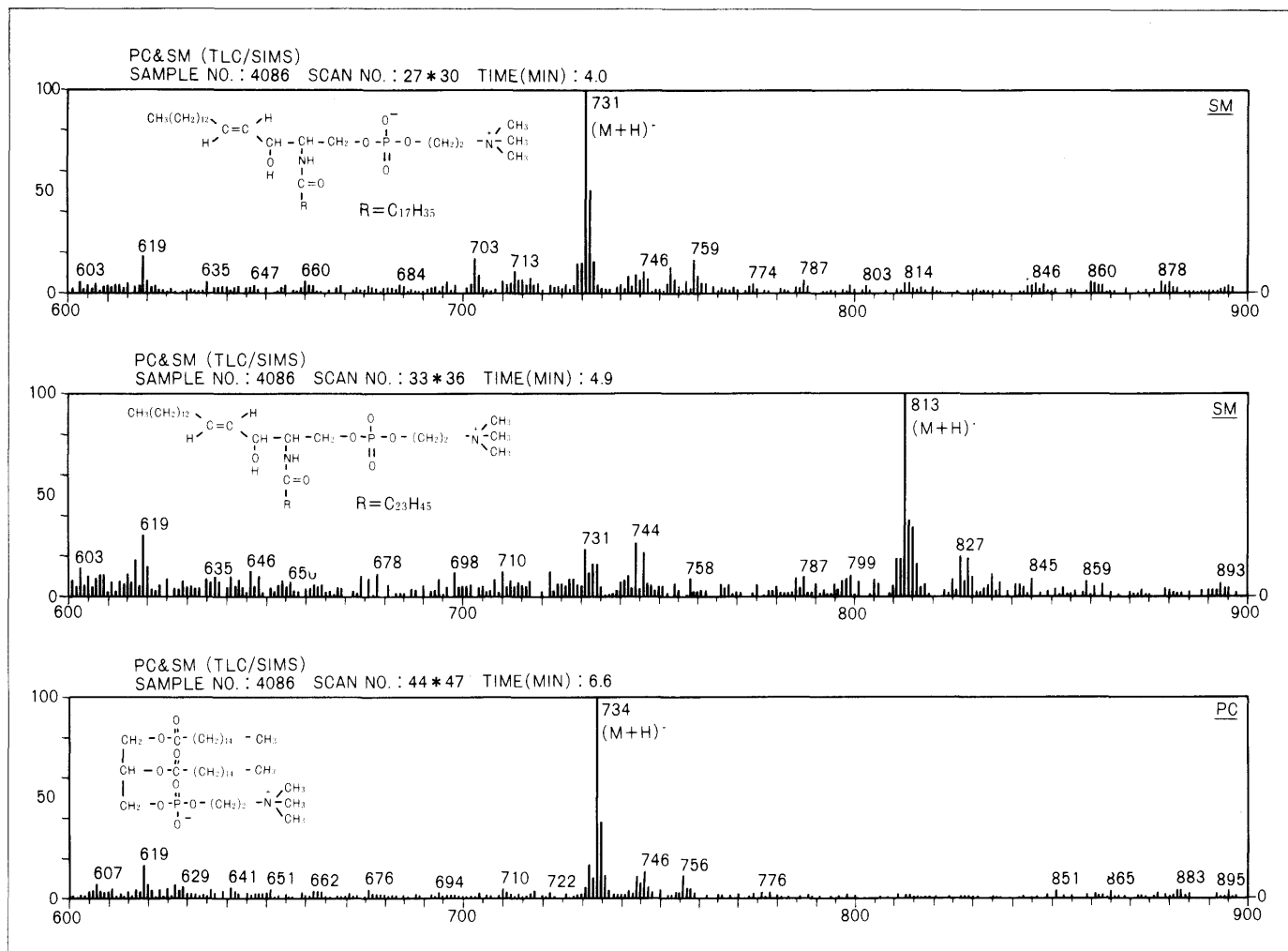


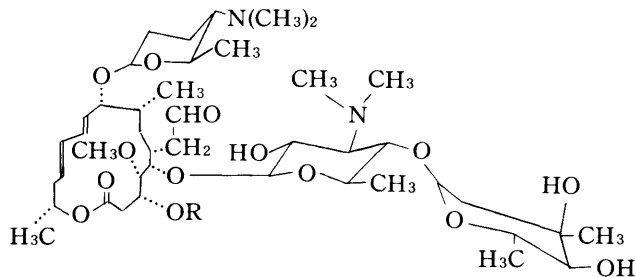
図10 PC/SMのマスペクトル

成分のマスペクトルを図10に示す。擬分子イオン (M+H)⁺ が高感度で検出されている。

4.3 抗生物質Spiramycin I, II, IIIの測定

SpiramycinにはI, II, IIIの化合物が知られている。

(1) 試料



	R	MW
I	-H	842
II	-COCH ₃	884
III	-COC ₂ H ₅	898

(2) TLCプレート: HPTLCアルミシート シリカゲル60

(3) 展開溶媒: Chloroform/Methanol (20:1, by Volume)

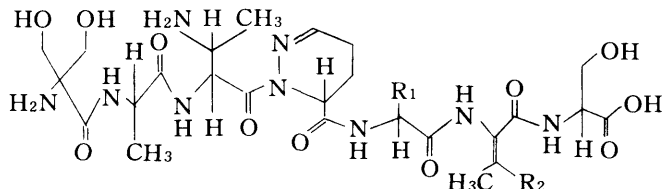
(4) 測定条件: 4.1に同じ

図11にTIC及び擬分子イオン (M+H)⁺ m/z843, 885, 899の各マスクロマトグラムを示す。Spiramycin II, IIIの分離は不十分であるが, Iは充分に分離している。図12にI及びII, IIIのSIMSスペクトルを示す。擬分子イオン (M+H)⁺ m/z843, 885, 899, グリセロール付加イオン (M+G+H)⁺ m/z935, 977, 991が観察される。

4.4 抗生物質Antrimycinの測定

Antrimycinにはいくつかの構造のものが知られている。A_v, B, Dを混合し, TLC展開後MSへ導入した。

(1) 試料



	R ₁	R ₂	MW
A _v	CH ₃	CH ₃	671
B	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	699
D	i-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	727

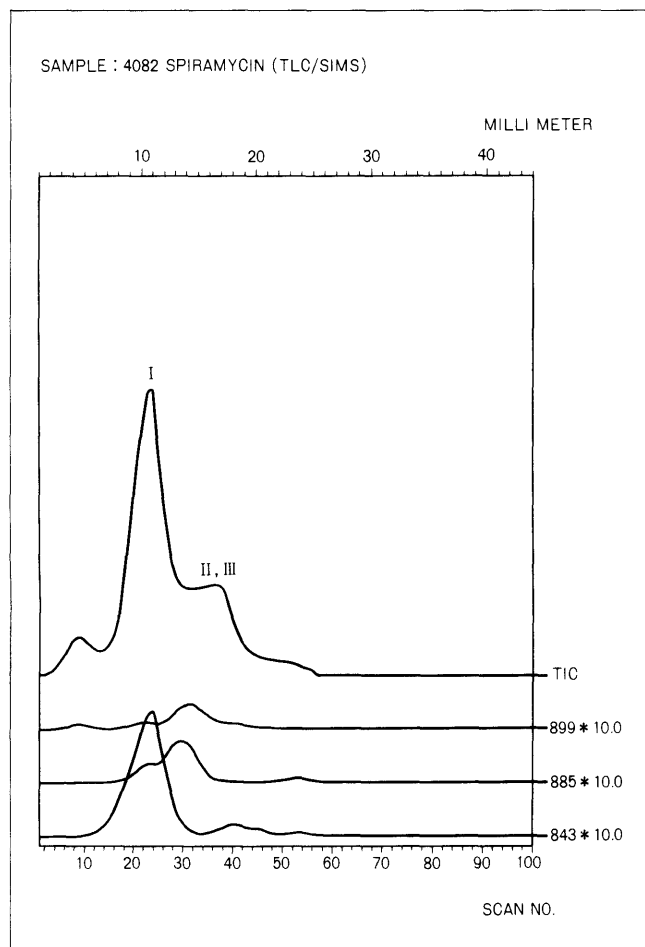


図11 スピラマイシンのマスクロマトグラム(I)

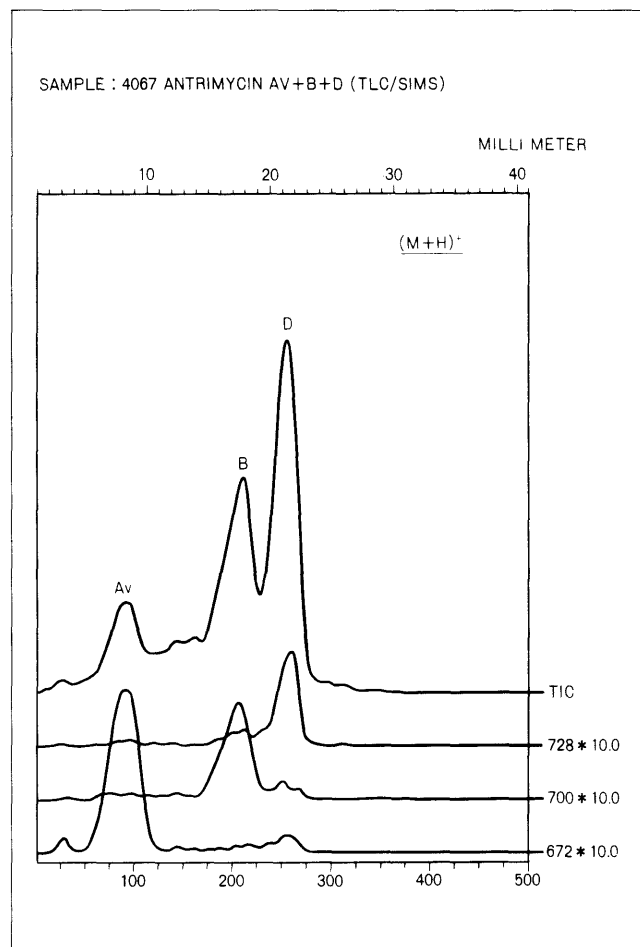


図13 アントリマイシンのマスクロマトグラム(I)

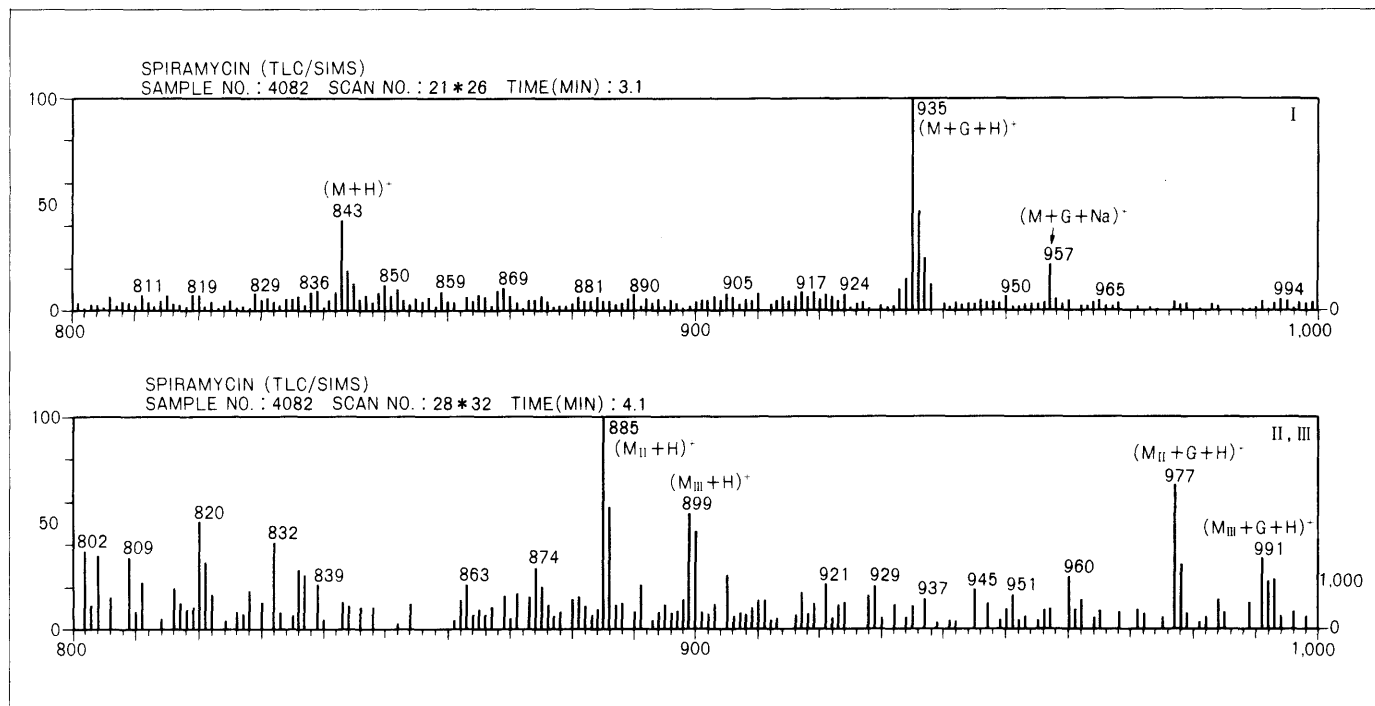


図12 スピラマイシンのマスクロマトグラム(2)

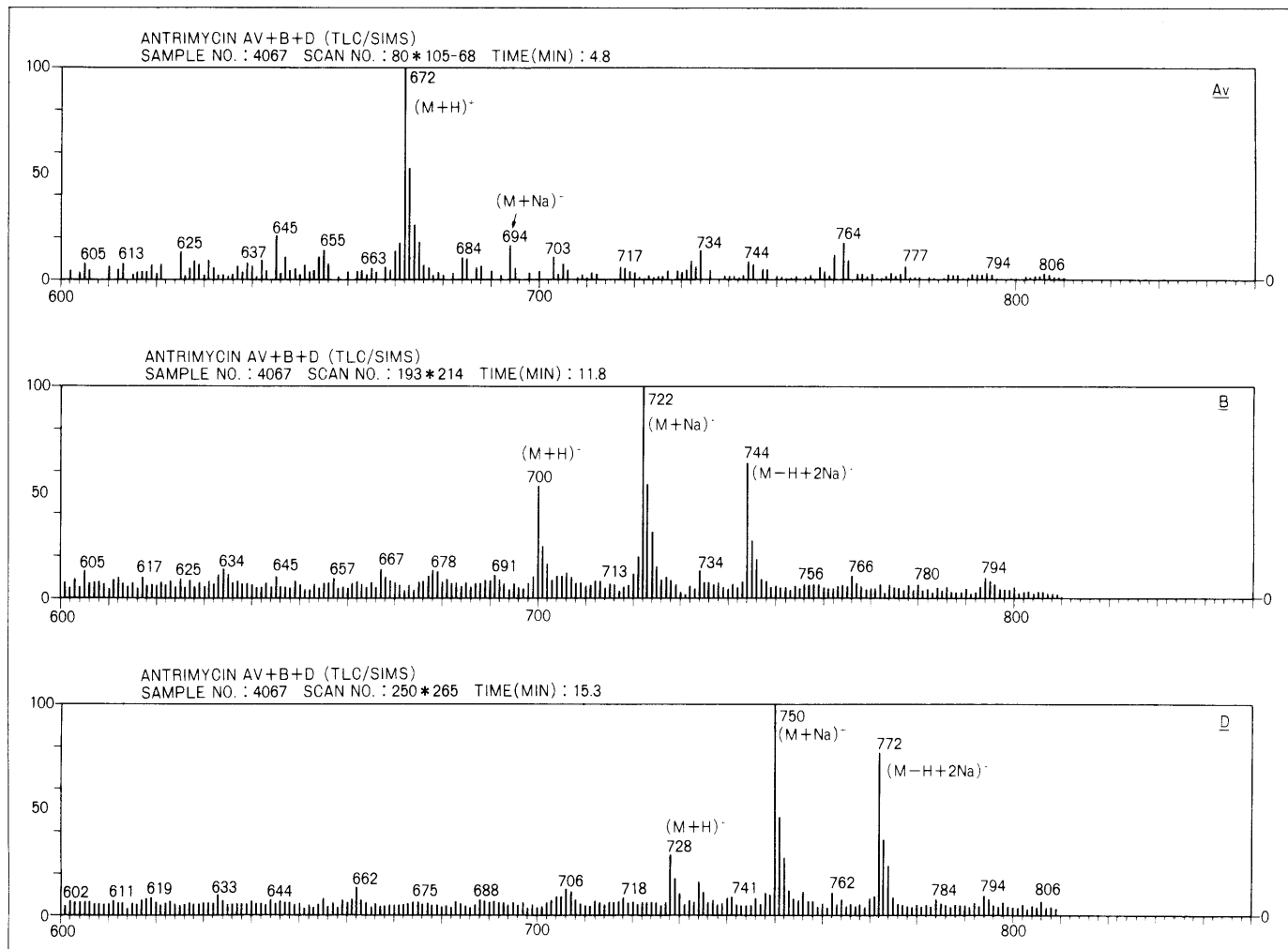


図14 アントリマイシンのマスキロマトグラム(2)

- (2) TLCプレート：HPTLCアルミシート シリカゲル60
 (3) 展開溶媒：Butanol/Acetic Acid/Water
 (4 : 1 : 2, by Volume)
 (4) 測定条件：4.1に同じ

図13にTIC及び擬分子イオン $(M+H)^+$ のマスキロマトグラムを示す。Av, B, Dの分離状況を明確に知ることができる。図14に3成分のSIMSマススペクトルを示す。擬分子イオン $(M+H)^+$ m/z 672, 700, 728, Na付加イオン $(M+Na, M+2Na-H)$ m/z 694, 722, 750, 744, 772等が観察される。

5. 結 言

TLCの持つ高い分離能力と質量分析計の持つ高い定性能力を結びつけることにより、新しい分離分析複合装置が出現した。これにより下記のような効果が期待できる。

- (1) GC/MS等では不可能なペプチド、糖類、脂質、抗生物質等の極性化合物を無修飾で分析できる。
 (2) TLC/SIMSによれば、SIMSマススペクトルが得られる上に、特定イオンによるマスキロマトグラムにより未分離成分についても分離状況等の情報が得られる。
 (3) TLCプレートを直接イオン源に導入できるので、かき

取り抽出など測定前処理が省略できる。

- (4) 質量分析計が高感度であるため、 μg オーダの微量試料でも分析できる。
 (5) 展開方向にプレートを移動させながら測定するので、分離した成分のマススペクトルが連続的に得られる。
 (6) SIMSの一次イオンは、調整により一次イオンビームの細束化が可能なので、TLCで展開した成分に対して十分な分解能を持って対応できる。

TLC/SIMSシステムを開発するにあたり、多くの方々に御指導頂いた。特にTLC/SIMSシステムの基本的な内容について御教示頂いた塩野義製薬(株)研究所の中川有造先生、三共(株)、中村皖一先生、TLC/SIMSの評価及び貴重な試料を頂いた微生物化学研究所の長縄 博先生、東京医科歯科大学の飯田静夫先生及び櫛 泰典先生に対し深謝致します。

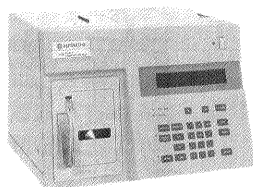
参考文献

- 1) Iwatani, K., Kadono, T. and Nakagawa, Y., A New Device for Sample Introduction System of Mass Spectrometer. *Abstr. 15th Jpn. Org. Mass Spectrom. Symp.*, 9192 (1980).

- 2) Nakagawa, Y., Mass Spectrometry on the Structure Determination of Some Drug Metabolites. *Proc. Jpn. Soc. Med. Mass Spectrom.*, 9, 39-44 (1984). Published Oct. 1. 1984.
- 3) Iwatani, K., Kadono, T. and Nakagawa, Y., Direct Coupling of Thin Layer Chromatography with Mass Spectrometry — 1. Direct TLC/MS Using Newly Developed Sintered TLC Plate, *Abstr. Annu. Meet. Mass Spectrom. Soc. Jpn.*, 148-149 (1985).
- 4) Iwatani, K. and Nakagawa, Y., Direct Coupling of Thin Layer Chromatography with Mass Spectrometry — 2, Direct TLC/SIMS, *Abstr. Annu. Meet. Mass Spectrom. Soc. Jpn.*, 150-151 (1985).
- 5) Iwatani, K., Kadono, T. and Nakagawa, Y., Direct Coupling of Thin Layer Chromatography with Mass Spectrometry — Direct TLC/MS Using Newly Developed Sintered TLC plate, In *Preparation for Mass Spectroscopy* (1985).
- 6) Nakagawa, Y. and Iwatani, K., Direct Coupling of Thin Layer Chromatography with the Mass Spectrometry — Direct TLC/SIMS. In *Preparation for Mass Spectroscopy* (1985).
- 7) Kushi, Y., Handa, S., Direct Analysis of Lipids on Thin Layer Plates by Matrix — Assisted Secondary Ion Spectrometry — *J. Biochem.* 98, 265~268 (1985).

Topics

711形日立臨床検査用 分光光度計



臨床検査用分析装置

このたび、用手法多項目分析を目的とした小形・軽量の711形臨床検査用分光光度計を開発しました。

本装置は小規模病院での用手法によるルーチン測定はもちろん、大規模検査室における大型の分析装置のバックアップ機として、緊急検体の測定、酵素反応過程のチェック等に使用することができます。

本装置は小形ながら1. 項目名、波長、温度、ファクタ値などの分析に必要なパラメータを最大30項目記憶可能。2. エンドポイント、レート法など5つの分析法を装備。3. サンプル吸入量やランプの自動チェックシステムが完備。4. サンプル吸入量のキャリブレーションを行なうことにより、少量のサンプルでも測定可能。5. レート分析法では反応過程をモニターする

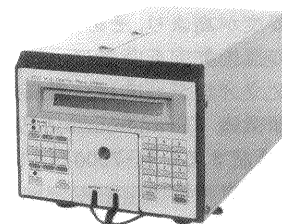
ことができ、反応直線性のチェックが可能。6. 外部出力インタフェース(RS232C)の標準装備により測定データを外部コンピュータに出力したり、外部コンピュータから測定パラメータ入力可能。など数々の特長を持つ臨床検査用分光光度計です。さらに、本装置はすでに実績のある自動分析装置の技術をベースとして、光学系には可動部のない多波長光度計を採用し、データ信頼性のより一層の向上をはかり、また試料の吸入には保守の容易なペリスタポンプを採用し、詰まりや汚れによるトラブルの心配をなくしました。現在は欧州各国にも輸出され、病院のルーチン検査装置として稼働中であり、今後とも活躍が期待される製品です。

L-3000形日立液クロ用 マルチ測光検出器

L-3000形は、小形でスタンドアロンタイプの多波長同時測光検出器で、高価なコンピュータユニットは必要としません。通常のUV検出器と同じ大きさですが、豊富な機能を備えています。

■主な特長

- (1) 波長プログラムが可能です。またオートゼロもあらかじめプログラムを組んで行なわせることができます。グラジエント測定に最適です。



- (2) プログラムに組まれたタイミングで、またはマニュアル操作でスペクトルを記憶可能です。記憶されたスペクトルは、後でチャートレコーダに記録されます。
- (3) 異なった波長の二つのクロマトグラムの比を記録できます。これにより、クロマトピークの成分純度が分かります。
- (4) 液晶表示との対話により操作するため、操作が簡単です。また装置が小型のため、ポンプの上に置くことができます。

■主な仕様

- (1) 波長範囲：UVモード 200~360nm
VISモード 360~520nm
- (2) バンド幅：10, 20, 40nm
- (3) フローセル：容量5 μ l, 光路長10nm
- (4) スペクトル記憶：マニュアルタイミング及びプログラム
8スペクトルまで記憶可
- (5) 信号出力：二波長クロマトグラム
同時出力、比クロマトグラム、
記憶したスペクトル
- (6) コミュニケーション：RS-232C,
PAN, リモート制御

解 説

125kV H-7000形電子顕微鏡

125kV HITACHI Model H-7000 Electron Microscope

砂子沢 成人* 富田 正弘* 上村 昌司* 植木 泰光** 中沢英子**

(昭和61年2月5日受理)

1. はじめに

最近の科学技術の発展の方向は、ますます微細化に向って加速度を増してきている。例えば、半導体業界に代表される材料研究分野では、サブミクロン領域での材料特性の設計を原子構造のレベルから実施すべく研究が進んでおり、また、医学、生物学、薬学、食品学などに代表されるバイオテクノロジーの分野においても、分子構造の解明がいよいよ重要になってきている。

このように、研究、技術の発展動向が微細化に向うほど、現存する観察装置としては最も高い分解能を誇る電子顕微鏡の重要度が高まり、その応用分野も急速に拡大している。

以上の技術動向を背景に、このたび筆者らは、主としてバイオテクノロジー向けに最高加速電圧125kVの新形透過形電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope, 以下TEMと略記する)H-7000形を開発した。

以下に装置の特徴、応用例について述べる。

2. H-7000形の特徴

図1に装置の外観を示す。

H-7000形では、125kVの高電圧制御をはじめ、レンズ系、電子線偏向系、カメラ制御などの全ての制御をマイクロコンピュータで行い、操作性の改善を実現している。

レンズ系としては、照射系3段、結像系5段の構成とし、従来の像無回転ZOOMシステムに加え、像任意回転結像レンズシステムを実現した。

H-7000形の主な特徴を、以下に順を追って述べる。

(1) 高コントラストTEM像

TEM像のコントラストを低減させる原因の一つに散乱電子がある。H-7000形では、コントラストを向上させるべくFA(Flare Absorbing)ライナーチューブを採用した。図2はFAライナーチューブの効果を示す模式図である。従来、金属で製作していたライナーチューブを軽元素材で構成し、チューブに衝突する電子線の反射係数を小さくするとともに、二次電子の発生効率を低下させ、TEM像への散乱電子の影響を減少させた。

また、TEM像の像質を決める心臓部である対物レンズについては、図3に示すような大形電子計算機を利用した有限要素法を使ったシミュレーションを実施し、従来に比べ球面収差係数 $\frac{1}{2}$ の新形対物レンズを開発した。この対物レンズにより、低倍でも対物可動絞りによる視野カットのな

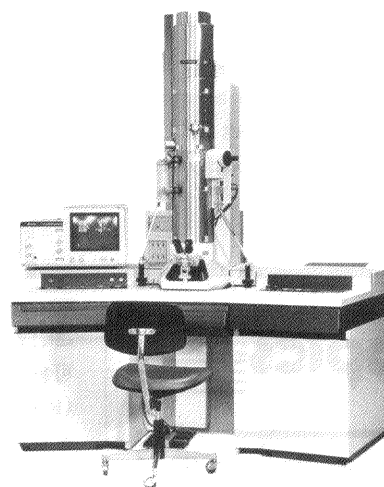


図1 H-7000形日立電子顕微鏡

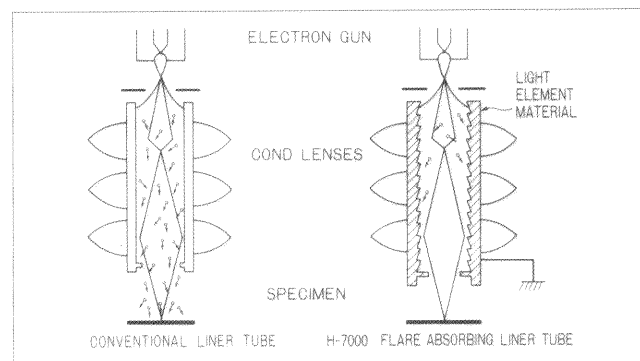


図2 FAライナーチューブ説明図

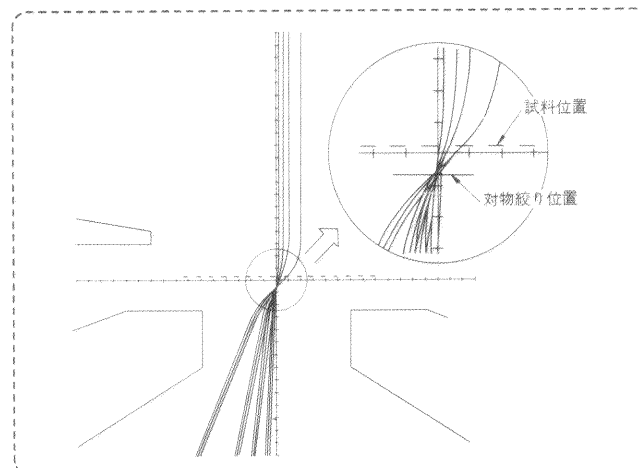


図3 新形対物レンズのシミュレーション

* 日立製作所 那珂工場電子装置設計部

**日立製作所 那珂工場応用技術センター

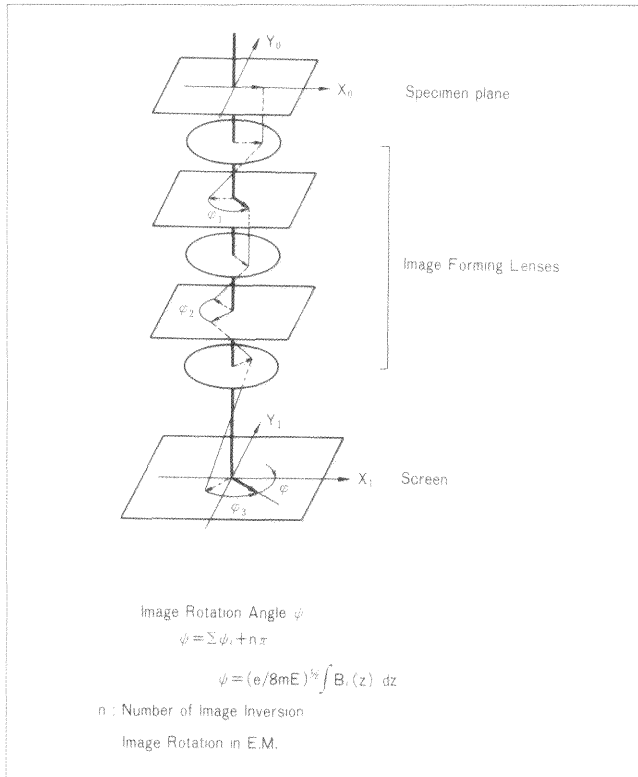


図4 多段レンズ系における像回転

い写真撮影を可能とした。

(2) 像任意回転結像レンズシステム

図4は、各結像レンズによる像の回転の様子を示す模式図である。よく知られているように、電子レンズ内での像の回転角 ϕ_i は、

$$\phi_i = \left(\frac{e}{8mE}\right)^{1/2} \int B_i(z) dz$$

と、電子レンズの磁束密度 B に比例する。多段の電子レンズ系の回転角 ϕ は、各電子レンズの回転角 ϕ_i の単純加算となる。

$$\phi = \sum \phi_i + n\pi$$

となる。ここで、 n は像の反転回数を示す。

従って、特定の方向に像を回転するには、結像レンズ系の総倍率を一定とし、各電子レンズの励磁電流を制御することで実現できる。

図5は、各結像レンズの制御系のブロック図である。

イメージローテーションスイッチを切替えることにより、指定された角度に対応する各レンズ電流データは、ROMエリアからDAコンバータを介して各結像レンズアンプに供給される。このとき、像回転に伴うフォーカスリンクデータも、それぞれの回転角ごとに記憶されており、対物レンズに供給される。

このような制御系により、1,000倍から50,000倍までの各倍率で、15°ステップ、範囲±90°の像任意回転機能を実現した。

図6に、像任意回転の実施例を示す。

このシステムでは、常に視野の中心を回転軸として像の

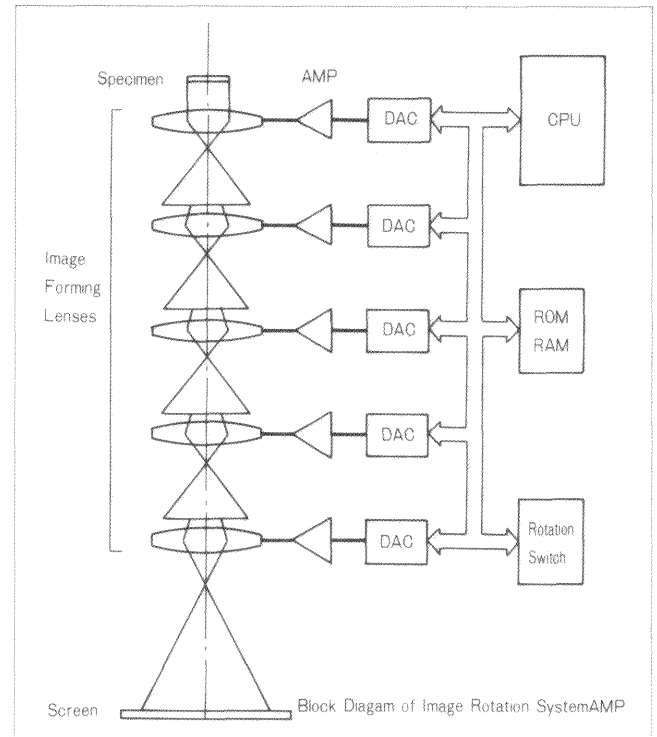


図5 電子レンズ制御系ブロック図

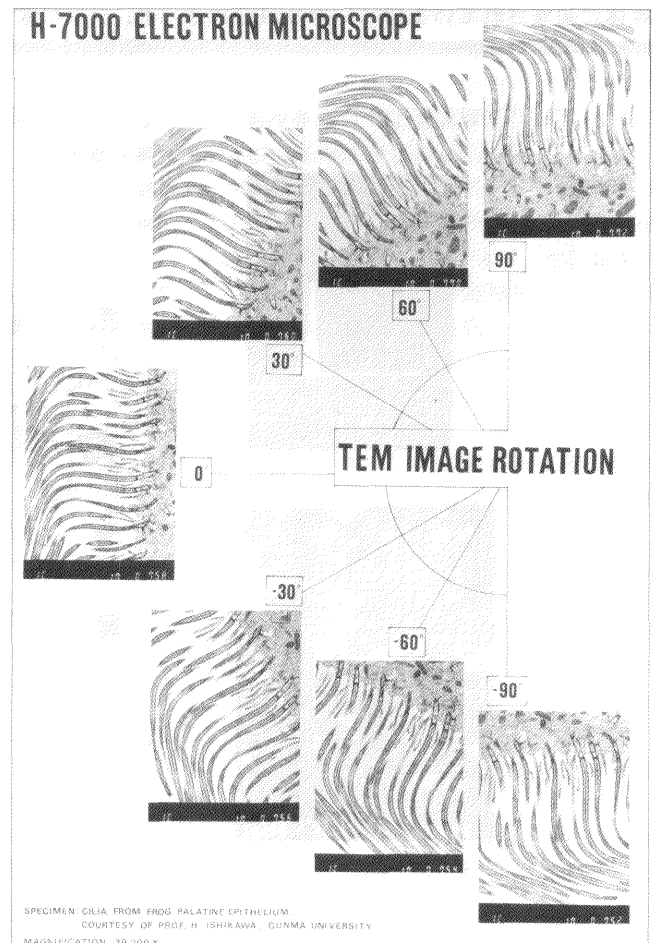


図6 像任意回転の一例

角度制御ができるため、像のトリミング等での利用価値は極めて大きい。

(3) 軽元素分析システム (デュアルデテクタシステム)

通常のX線元素分析システム (Energy Dispersive Xray Analyzer System, EDX) では、ナトリウム以下の軽元素の分析ができない欠点がある。それは、X線の取込窓にBe膜を用いており、波長の長い特性X線がBeに吸収されてしまうからである。Be膜の代りに、非常に薄い有機膜をX線の取込窓に使用することにより、炭素からナトリウムまでの軽元素のX線分析ができる (Ultra Thin Window EDX)。H-7000形では、図7のブロック図に示したように上記の通常のEDXとウルトラシンウィンドーのEDXとを同時に取り付けられるよう鏡体構造の設計を行った。この結果、従来、軽元素分析装置として用いられていた電子線速度分析器の場合に比べ、試料の厚み等に関する制約が少なくなり、軽元素から重元素までの分析がより簡便となった。

図8は、ウルトラシンウィンドーEDXによる分析例である。

SiO_2 とSiの混合粉末試料を分析すると、 SiO_2 の酸素が明瞭に検出されていることが分かる。

(4) マイクロビジョンシステム (テレビカメラ付H-7000形)

H-7000形は、テレビカメラを取り付けることを前提に、システム設計された最初の電子顕微鏡である。

図9は、マイクロビジョンシステムのブロック図である。同図において、超高感度テレビカメラからの映像信号は、本体に装着されている12インチのCRTに送られ、テレビ像

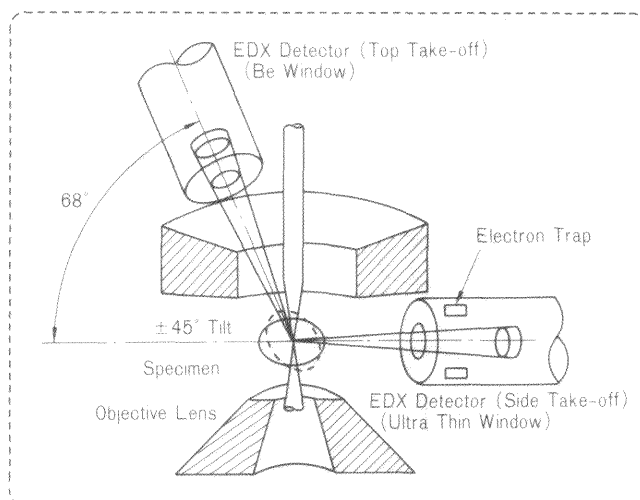


図7 デュアルデテクタシステムのブロック図

として表示される。このとき、フォーカス合せに用いるイメージワブラーはテレビ周波数と同期がとられており、電子線露出計、また、像撮影用フィルムもマイクロコンピュータにより、テレビカメラとリンクしているため、オペレータはCRTに表示される像を観察しながら、フォーカス合せ、最適電子線露光量合せ、写真撮影を行うことができる。

更に、CRTへの映像信号は、ビデオテープレコーダ等の

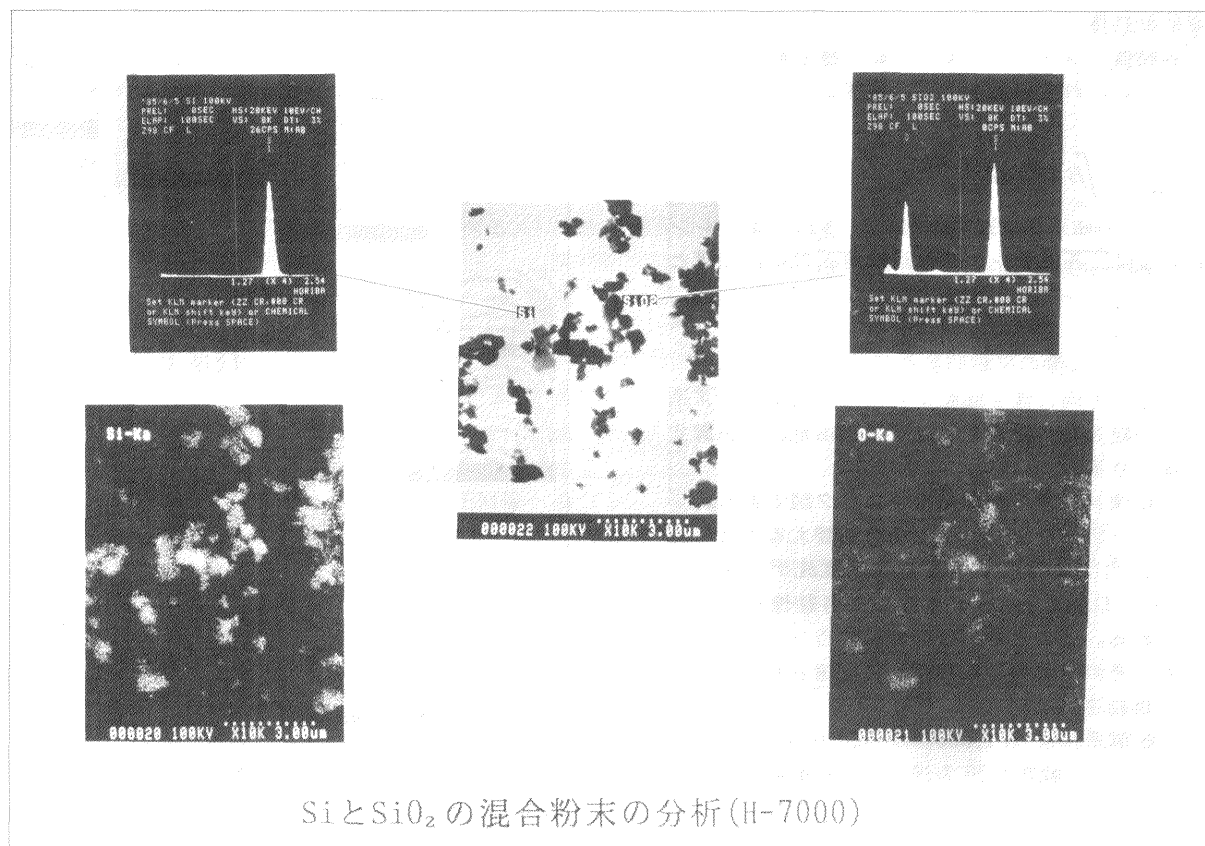


図8 ウルトラシンウィンドーEDXによる分析例

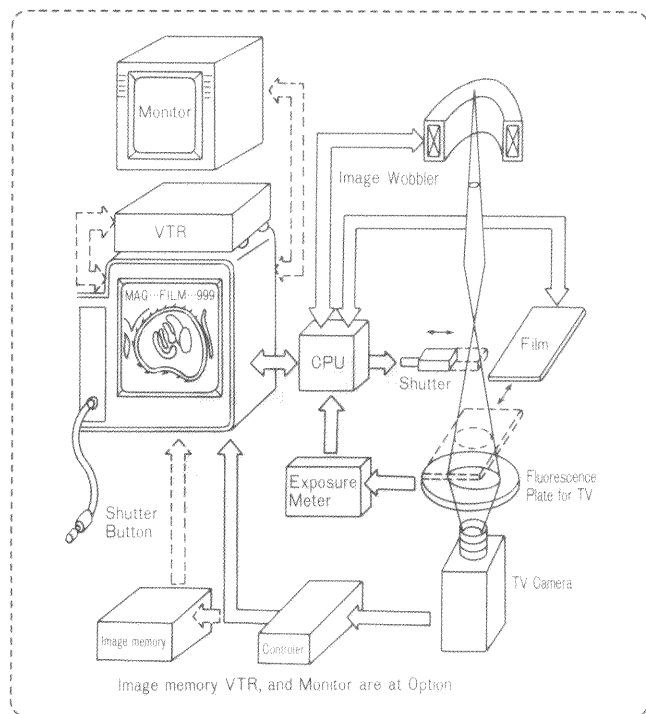


図9 マイクロビジョンシステムのブロック図

画像記録装置へも取り込むことが可能である。

もちろん、画像処理装置にも容易に接続することができる。

以上述べた他にも、H-7000形には多くの特徴が組込まれているが、紙枚の関係で別の機会に報告する。

3. 主な仕様

H-7000形の主な仕様は下記の通りである。

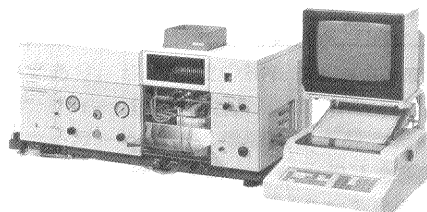
(1) 分解能	TEM	0.2nm(格子像)
	STEM	1.0nm(with LaB ₆ フィラメント)
	SEM	2.0nm(同上)
加速電圧	(00, 25, 50, 75, 100, 125kV	
	10kVはSTEM/SEMモードのみ	
	100Vステップ加速電圧可変	
倍率	50倍～600,000倍	
像無回転精度	±5°	
像任意回転	15°ステップ ±90°範囲	
	(1,000倍～50,000倍)	

4. おわりに

以上、H-7000形日立透過形電子顕微鏡の主な特長について述べた。今回、H-7000形に盛り込まれた数々の機能がバイオテクノロジー分野における研究、開発効率を向上させる強力な武器となることを信じる。

Topics

普及形原子吸光分光光度計の決定版 A-1800形日立原子吸光/炎光分光光度計



A-1800形日立原子吸光/炎光分光光度計

原子吸光分光光度計は、試料中の金属を炎等により原子化して光源（中空陰極ランプ）からの光を照射すると、試料中にある元素特有の波長の光だけが吸収される現象（原子吸光）を利用して、この吸収量から金属を定量する計測器です。

原子吸光分析法は、鉛やクロムなどの重金属をはじめとして、微量金属元素の定量測定に最適な方法として認められており、JISや各種法規の施行細則などに取り込められています。従って、現在では公害物質の測定、工業原料や食品の検査など微量金属の定量分析を必要とする広範な分野で利用されています。

このたび、普及形の決定版として、A-1800形日立原子吸光/炎光分光光度計を発売しました。本装置はバックグラウンド吸収補正機能付シングルビーム方式で、普及機の部類に属しながらデータ処理は高級機なみの機能を有するコストパフォーマンスの優れた装置です。

■特長

(1) 信号のS/N比が優れており、高感度分析ができます。

シングルビーム方式で光量を最大限活用しており、このクラス最高の高分散分光器の採用（分散能1.2nm/mm）、3段切替式ビームコンバイナ法の活用とあいまって、優れたS/N比を得ています。これにより鉛の0.1ppmの定量が

余裕をもってできます。

(2) 操作性が優れています。

12インチCRTとプリンタを標準で装備し、いずれもグラフィック機能を有しています。これにより、測定条件、計算条件および、測定結果の表示と印字の他、検量線や吸収信号の表示および記録ができ、従来、ユーザーが行っていた作図や記録計による記録が不要になります。また、測定結果の異常データの削除や測定後の検量線の変更に伴う結果の再計算など、データ編集機能が充実しています。

(3) 低濃度試料から高濃度試料まで対応できます。

バーナの回転により、感度を約 $\frac{1}{20}$ まで変化させることができ、微量分析から主成分分析まで対応することができ

ます。

(4) ひ素、セレンの高感度分析に最適です。
水素化物発生付属装置HFS-2形および加熱石英セルを組み合わせることにより、ひ素やセレン等の水素化物生成元素の高感度・迅速分析に特に効果があります。

分析機器用簡易言語 (Hi-Softy®)

Analysis-Oriented Easy Language, Hi-Softy®

滝 正弘* 安達 吉史* 広瀬 弘* 前田 芳夫* 皆川 定雄** 野上 太郎**

(昭和60年7月26日受理)

1. はじめに

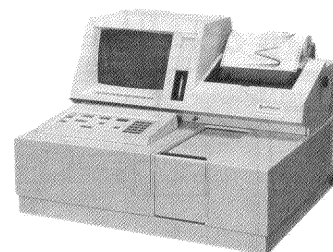
ラボ用分析機器は高精度の測定ができるだけでなく、簡単な操作で安定した測定ができることが要求され、一方では技術の進歩に伴い、高度の分析技術が通常の分析業務にも適用されるようになってきた。このような要求に呼応して、分析機器は自動化による操作の簡便化が図られるとともに、汎用的なデータ処理機能が内蔵されるなど、マイクロコンピュータ（以下、マイコンと略す）によるインテリジェント化が進められてきた¹⁾。しかし、機器内の処理にも限界があり、また汎用的な処理とはいえ、機器メーカー供給の固定化された処理では必ずしもすべてのユーザー要求をカバーすることはできない。このために、分析機器には通信機能を備え、外部コンピュータによるシステム化が図られるわけであるが、分析機器自体もBASIC等の汎用言語を搭載してユーザープログラマブル機能を付加する傾向にある。汎用パソコンを内蔵した日立228形分光光度計などがその例である。測定結果の後処理だけでなく、機器操作に密接した分析手順をプログラムして自動測定を行うことができ、更に進んだ自動化が可能である²⁾。

しかし、BASICといえどもプログラムを作ることは多くのの人にとっては困難な作業である。OAには目的に応じていろいろな専用簡易言語が開発されており、機器分析にも機器分析専用の簡易言語があって当然である。我々はこのような機器分析専用簡易言語³⁾を開発し、U-3200形/U-3400形自記分光光度計及びF-4000形分光蛍光光度計に搭載した。本稿では、この機器分析専用簡易言語(Hi-Softy®)についてその機能、構造および特長について解説し、いくつかの応用例により本言語によるプログラムの実際を紹介する。

2. 言語の機能・構造

本言語は、分析機器自体に内蔵され、プログラミングにあまり馴染みのない分析機器ユーザーが使用することを目的に開発した。このため、言語全体のサイズを28kBと非常にコンパクトに収めると共に、プログラミングなしで機器分析の自動化が達成されるよう簡易言語機能の充実に重点を置いた。

図1に本言語の機能を示す。機器分析操作手順の学習記憶（ティーチング）機能やコマンドの直接実行から成る簡易言語機能を主体とし、BASICなどの汎用言語が有するプ



U-3200形 自記分光光度計



F-4000形 分光蛍光光度計

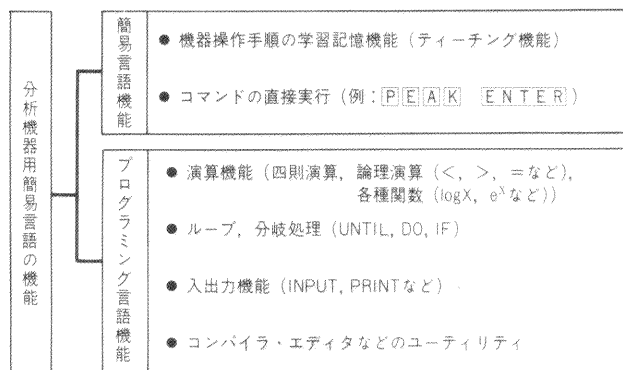


図1 分析機器用簡易言語の機能

ログラミング言語機能をも併せ持っている。簡易言語機能は、コーディングを行わずに分析機器を直接制御でき、プログラムに馴染みのないユーザーでも容易に使用できる。更に、プログラミング言語機能を用いれば、標準コマンドやユーザーが定義したコマンドの組合せにより新たなコマンドを構築でき、より複雑な処理も実現可能である。

図2に本言語の構造を示す。基本システム部・機器専用部・ユーザープログラム部の3つの部分から構成されている。

基本システム部は、エディタやコンパイラなどのシステムソフトウェアやPRINT・INPUTなどの汎用コマンド群

* 株式会社日立製作所那珂工場 ソフトウェア設計部

** 株式会社日立製作所那珂工場 光学装置設計部

*** 日立計測エンジニアリング株式会社

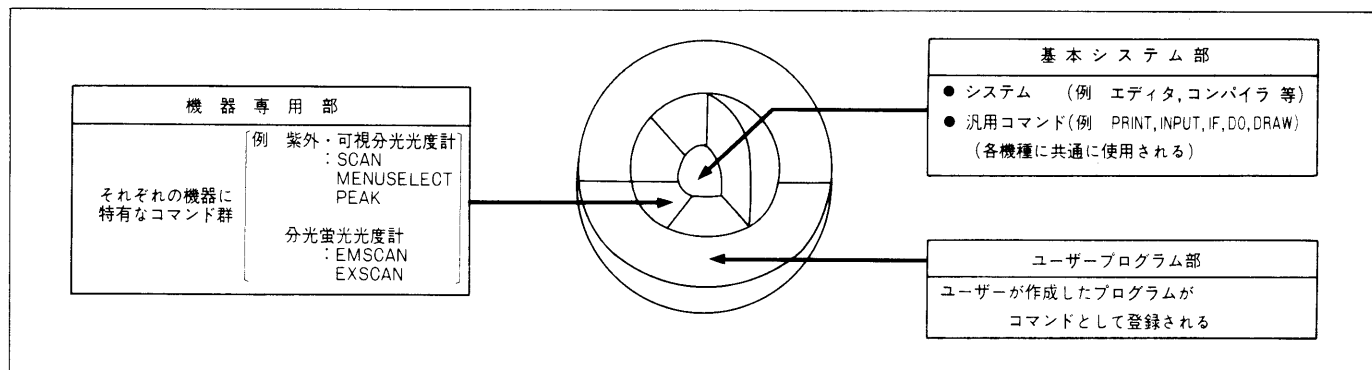


図2 分析機器用簡易言語の構造

を有しており、各分析機器間に共通である。

機器専用部は、それぞれ分析機器に固有のコマンド群を有している。例えば紫外可視分光光度計の場合のSCAN, MENUSELECT, PEAKなど、分光蛍光光度計の場合の, EMSCAN, EXSCANなどのコマンド群がその例である。以上は、言語に標準に組み込まれている。

一方、ユーザーがティーチング機能を用いて作成したコマンドや、汎用コマンド・機器専用コマンドおよびユーザーが定義したコマンドを組み合わせで作成したコマンドなど、ユーザー固有の目的に合致したコマンド群を増殖していく領域がユーザープログラム部であり、12kBのユーザーエリアが確保されている。

このような機能および構造を持った本言語を用いて、ユーザーは機器制御の自動化・データ処理・レポート作成などを容易に実現でき、ユーザー固有の目的に合った専用言語に本言語を成長させることも可能である。なお、本言語は6809マイクロプロセッサが実装されている分析機器専用のリアルタイム・オペレーティング・システム上で動作する。

3. 言語の特長

BASICなどの汎用言語は、確かに広い範囲の用途をカバーするために汎用機能や多くの汎用コマンド群を取り揃えている。しかし、機器分析の自動化という1つの目的に限って考えると、汎用言語はいろいろと面倒な手続きも多く、必ずしもユーザーにとって最適な言語とは言えない。本簡易言語は、機器分析の自動化を目的として最適化された言語であり、以下にその特長を示す³⁾。

(1) ティーチング機能

ユーザーが通常の機器操作を行うだけで、一連の機器操作手順が自動的にユーザープログラム部に記憶され、これに名前を付けてコマンド化することができる。簡単なキー操作により、記憶された操作手順の目動再現（プレイ・バック）ができるので、コーディングを行わずに操作手順の自動化が容易に実現できる。更に、このティーチング機能により作成されたコマンドは、他のコマンドと組み合わせで新たなユーザー定義コマンドを作成する際に使用できる。

(2) 分析機器専用コマンド

分析機器に特有なコマンド群（例えば、波長走査SCAN、ピーク検出PEAK、励起側波長走査EXSCANなど）が、各分析機器に対して準備されており、これらのコマンドを利

用して簡潔で解り易いプログラムが作成できる。

(3) コマンドの増殖機能

新たにユーザーによって作成されたコマンド群は、あらかじめ備えているコマンド群と共に組み合わせて、更に新たなユーザー定義コマンドを増やしていけるため、使えば使うほどユーザーの目的に合った専用の言語に造り上げられる。

4. 応用例

4.1 紫外・可視分光光度計における応用例

4.1.1 ティーチング機能を用いた機器操作の自動化

日常行うルーチン分析業務では、分析目的によりいつも同一測定条件をセットしたり、同一操作手順を繰り返したりすることが多い。このような測定操作の手順を、装置内のコンピュータに記憶させ、自動化できれば、ユーザーは日々の退屈な同一機器操作の繰り返しから開放される。本簡易言語は、日常の機器操作に3つのキー操作を加えるだけで、簡単に一連の機器操作手順の自動化が行える便利な機能を有しており、これをティーチング機能と呼んでいる。このティーチング機能を用いた一例を以下に示す。

ユーザーが日常行うルーチンワークとして、図3に示すような測定手順を仮定する。例えば、青色1号食用色素と赤色食用色素の2種混合試料の吸収スペクトルを測定し、それぞれのピーク付近（630nmと525nm）の波長における測光値を記録し、印字するといった作業がその一例である。

図4に、この出力結果を示す。

以上の測定手順をティーチング機能によりプログラミングした例を図5に示す。図5において、「通常のキー操作」の部分には、日常のルーチンワークで行われていたキー操作である。この「通常キー操作」に「ティーチング開始、コマンド名入力、ティーチング終了」の3つのキー操作を加えるだけで簡単に機器操作の自動化プログラミングができる。一度以上の操作をしておけば、次からは

PLAY BACK A (ソフトキー)

と2つのキー操作を行うだけで、自動的に図5の「通常のキー操作」の部分を実行（プレイ・バック）し、図4の出力を自動的に得ることができる。

4.1.2 濃度計算と判定

以上で機器操作手順の自動化は、簡単に実現できるようになった。しかし、出力されたスペクトルから例えば次式に従い濃度を計算し、その（計算式）

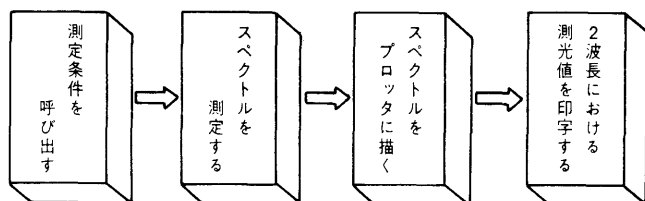


図3 日常のルーチン分析業務

$$\text{Conc.} = k\text{-factor} \times (\text{Abs}_{525} - \text{Abs}_{561})$$

ここで、

Conc.濃度

k-factor.....希釈倍率

Abs₅₂₅525nmにおける測光値

Abs₅₆₁561nmにおける測光値

濃度が正常値の範囲内にあるかどうかをチェックする場合には、ユーザーが波長および測光値を読み取り、電卓を使って濃度を計算し、結果が正常値範囲内にあるかをチェックするといった手作業が必要である。これらの面倒な作業もまた、自動化できれば便利である。本簡易言語では、4.1.1で作ったコマンド“A”に、「波長に対応する測光値を読み取り、濃度を計算し、正常値範囲チェックを行い、結果を印字する」という処理を追加することにより、簡単にプログラムすることができる。図6に、プログラム例を示す。なお、図6のプログラムの実行は、キーボードから

CONCENTRATION ENTER

と、プログラム名を入力することにより開始され、スペク

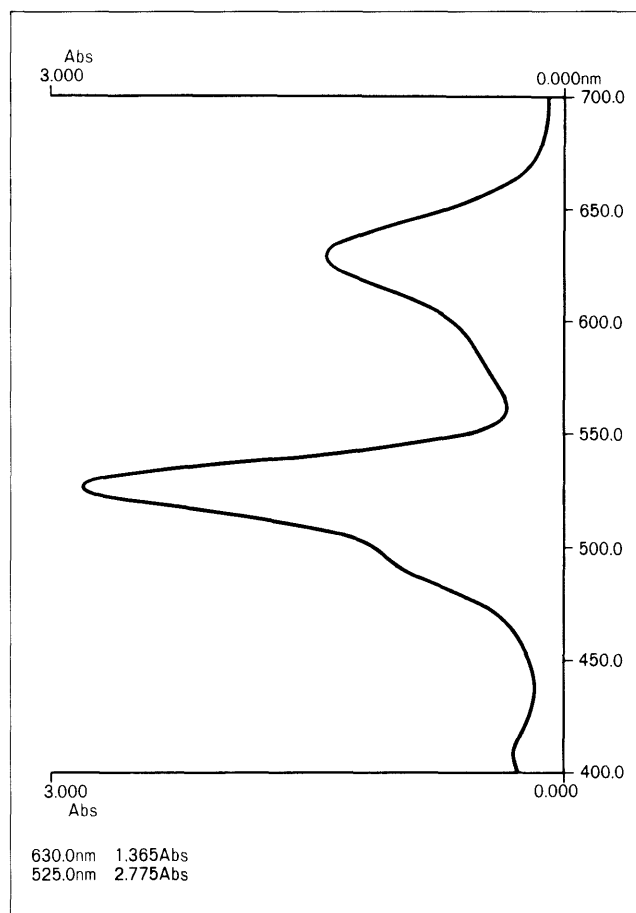


図4 食用色素のスペクトルと印字例

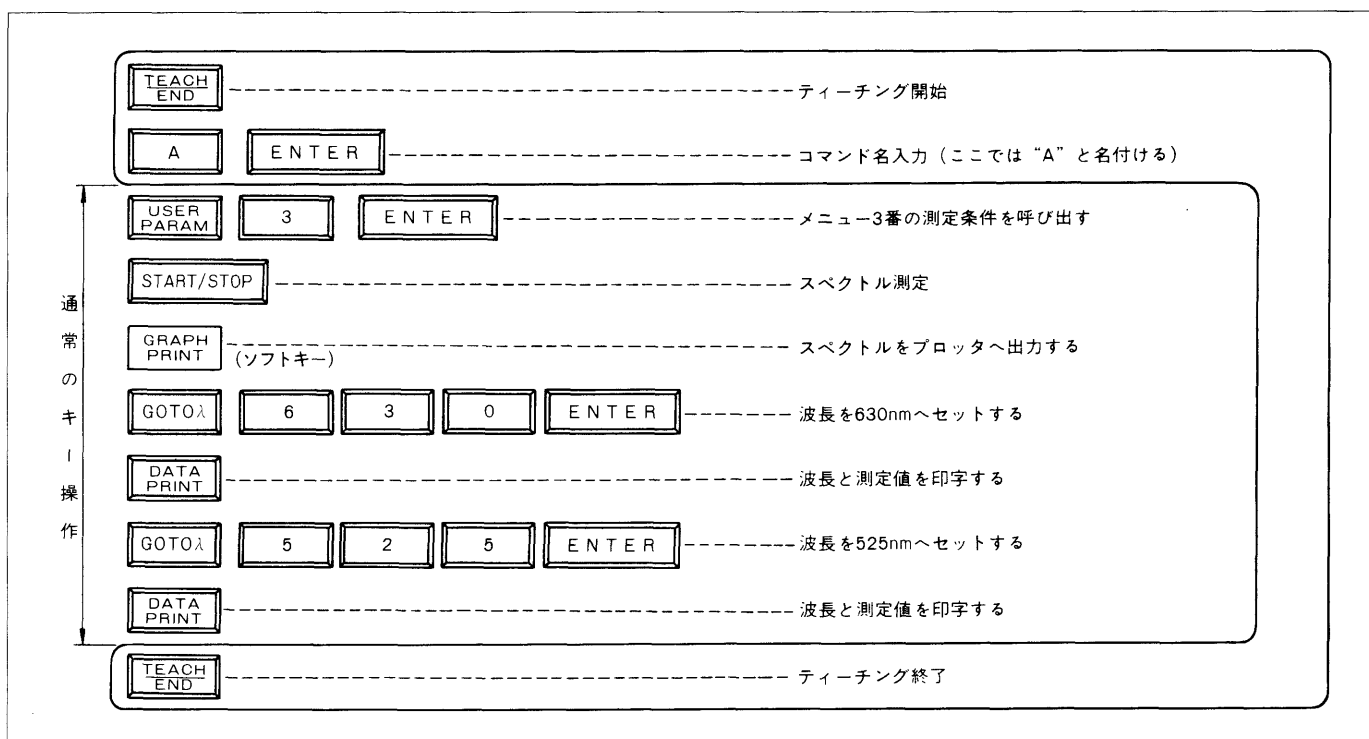


図5 ティーチング機能によるプログラミング

VAR dAbs VAR C	プログラム内で使用する変数の定義
def CONCENTRATION	プログラム名 "CONCENTRATION" 宣言する
A	図5で作成したコマンド
dAbs := DATAM(525) - DATAM(561) ;	525nmと561nmの測光値の差を計算し、 結果を変数dAbsに代入する
C := 300 * dAbs ;	k-factor 300をdAbsに掛けて、濃度を 変数Cに代入する
DEVICE(1)	出力装置にプロッタを指定
PRINT "Conc=" C ;	濃度を印字する
IF C > 100 THEN PRINT " HIGH" ; ENDIF	上限値チェック
IF C < 10 THEN PRINT " LOW" ; ENDIF	下限値チェック
DEVICE(0)	出力装置にCRTを指定
defend	プログラムの終了を宣言する

図6 濃度計算・正常値範囲チェックプログラム

```

日付印字プログラム
def PRINTDATE
  PRINT USING(2,0) SP(45) " 19" YEAR " / "
  MONTH " / " DAY CR(1) ;
defend

測定者、測定場所、企業名およびレポート名印字プログラム
def PRINTTITLE
  PRINT SP(45) " TARO YAMADA" CR(1) ;
  PRINT SP(45) " APPLICATION LAB. " CR(1) ;
  PRINT SP(45) " HITACHI, Ltd. " CR(2) ;
  PRINT SP(20) " TEST REPORT" CR(5) ;
defend

レポート作成プログラム
def REPORT
  DEVICE(1).....出力装置にプロッタを指定
  PRINTDATE.....日付印字
  PRINTTITLE.....タイトル印字
  CONCENTRATION.....図6で作成したコマンド
  DEVICE(0).....出力装置にCRTを指定
defend

```

図7 レポート作成プログラム

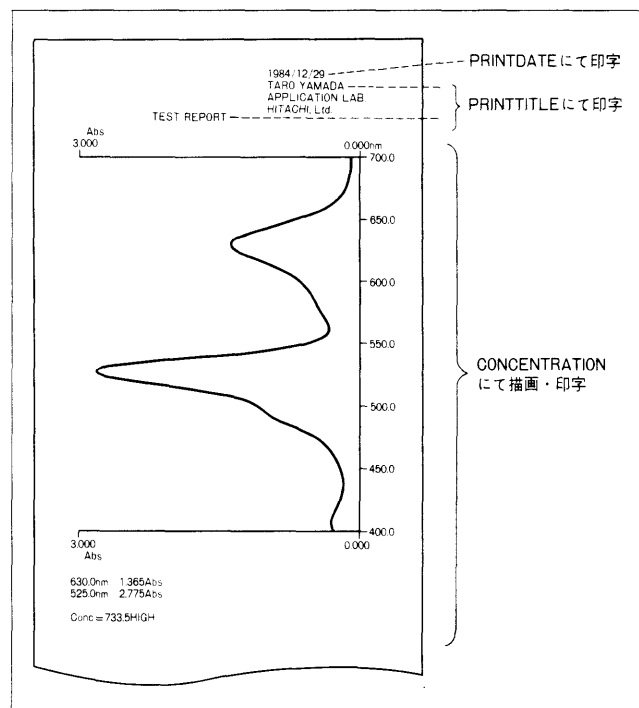


図8 "REPORT"実行例

トル、波長および測光値の出力から、濃度の計算、正常値範囲のチェックと、その結果の印字までが自動的に行われる。

4.1.3 レポート作成

4.1.2において作成したコマンド "CONCENTRATION" に日付およびタイトルを付け加えることにより、簡単にレポートを作成することも可能である。図7にそのプログラム例を、図8にその実行結果を示す。

4.2 分光蛍光光度計における応用例

蛍光分析においては、スペクトル補正することにより装置関数は補正されるけれども、測光値の絶対的な単位が無く、同一試料を測定しても得られる測光値は装置ごとに異なるのが通例である。そこで、異機種間でデータを比較す

るような場合には、標準試料で得られた測光値との比を計算するなどの処理が必要となるわけであるが、水溶液の試料の場合には水のラマンピーク強度を基準にして、ノーマライズすれば測光値を標準化でき、異機種間でのデータ比較も可能となる。

図9に水道水中のアルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム (以下、ABSと略す。) を測定するために、水のラマンピークでノーマライズして蛍光スペクトルを測定するプログラムの例を示す。励起波長は230nmでラマンピークは251nmに得られる。スペクトルはラマンピークがちょうどフルスケールになるように蛍光強度のスケールを決めている (サブプログラム GRAPH ^ PLOT)。また、波長290nm (ABSの極大蛍光位置)、300nm、340nm、430nmの各波長

```

VAR D1 VAR D2 VAR D3 VAR D4 VAR RAMAN^PK
def GRAPH^PLOT.....ラマンピークでノーマライズしてスペクトルをプロットするサブプログラム
PARAMREAD(0).....測定パラメータを簡易言語の変数PARAMに読み取る
PARAM(6) := RAMAN^PK ;.....Upper Data ScaleのパラメータにRAMAN^PKを代入
PARAMWRITE(1).....簡易言語の変数PARAMをパラメータメニュー 1 にセット
MENUSELECT(1).....測定パラメータとしてパラメータメニュー 1 を選択
GPRINT.....グラフプリント
FRAME.....グラフの枠取り
defend
def DATA ^PRINT.....ラマンピークでノーマライズしたデータを印字するサブプログラム
DEVICE (1) CR(1).....出力装置としてプロッタを選択し改行する。
PRINT " RATIO by RAMAN PEAK" ;.....タイトル印字
D1 := DATAM(0.290) / RAMAN^PK ;
D2 := DATAM(0.300) / RAMAN^PK ;
D3 := DATAM(0.340) / RAMAN^PK ;
D4 := DATAM(0.430) / RAMAN^PK ;
.....各波長における測光値をメモより読み取り、ラマンピーク値でノーマライズ
する。
PRINT " 290 nm" SP(5) D1 ; CR(1)
PRINT " 300 nm" SP(5) D2 ; CR(1)
PRINT " 340 nm" SP(5) D3 ; CR(1)
PRINT " 430 nm" SP(5) D4 ; CR(1)
.....ノーマライズした測光値を波長と共に印字する。
DEVICE (0)
defend
def WATER.....水道水の蛍光を測定するメインプログラム
MENUSELECT(1).....測定パラメータとしてパラメータメニュー 1 を選択
EMSCAN.....蛍光側分光器を波長走査する。
RAMAN^PK := DATAM(0.251) ;.....変数RAMAN^PKにラマンピークの値を読み取る
GRAPH^PLOT.....プロッタにスペクトルをプロットする。
DATA ^PRINT.....プロッタにデータを印字する。
defend

```

図9 ラマンピークでノーマライズしながら蛍光スペクトルを測定するプログラム

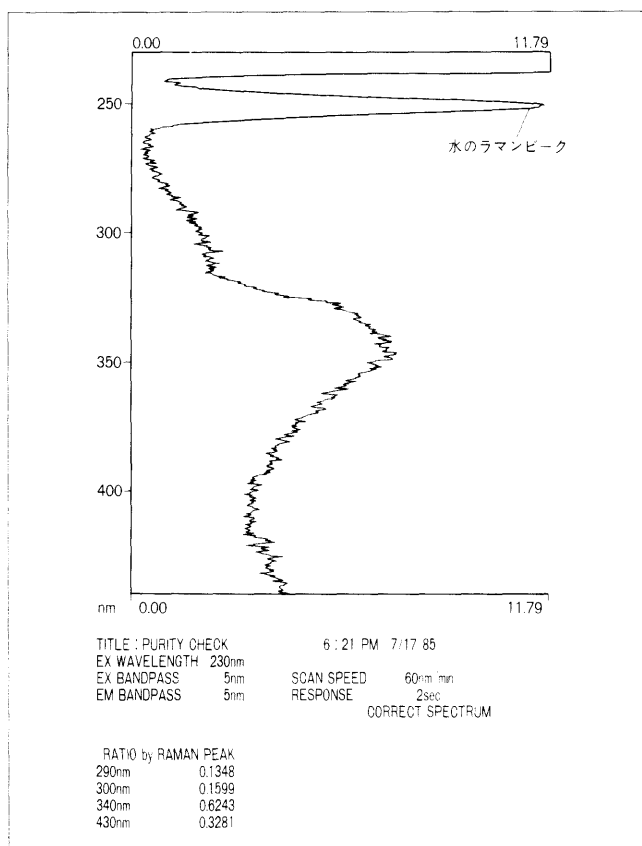


図10 プログラム"WATER"の実行例

における測光値をラマンピークのピーク値でノーマライズして印字している（サブプログラムDATA ^PRINT）。メインプログラムWATERの実行結果を図10に示す。

5. おわりに

本稿に述べた分析機器用簡易言語は、分析機器機能と一体となって動作し、日常行う操作手順をプログラムを書かずに自動化することを主眼に開発されたものである。測定データの演算やレポート作成のためにプログラミング機能も備えているが、大容量のデータライブラリを扱ったり、高度の技術計算を瞬間にこなしたり、といったコンピューティング能力に関しては専用のコンピュータの方が得意であろう。研究室の自動化(LA)システムを考える場合には、各機器やコンピュータの特性に応じ、バランスの取れたシステム構築が大切である。装置内における自動化を得意とする簡易言語と、高度なデータ処理機能を持つ汎用コンピュータとをバランスよく使いこなせば、LAシステムを構築するサブシステムとして、本言語は大いなる力を発揮するであろう。

参考文献

- 1) 前田芳夫, 他: LAとデータ処理の自動化, p.268, 総合技術センター(1983)
- 2) 小森律夫, 他: The Hitachi Scientific Instrument News, 25, No.3, 21(1982)
- 3) 滝 正弘, 他: 第20回応用スペクトロメトリー東京討論会要旨集, p.105(1984)

イオンクロマトグラフィー

Ion Chromatography

塚田 勝男* 野上 太郎* 木村 光良** 出口 喜三郎***

(昭和61年2月5日受理)

1. はじめに

イオンをイオン交換カラムで分離し、電気伝導度検出器で検出するイオンクロマトグラフィーは、無機ならびに有機イオンの迅速な分離、定量法として極めて有効な手段である。この場合、試料イオンを高感度で検出するためには溶離液中のイオンに起因する高いバックグラウンド信号を低減する必要がある。Smallら¹⁾は、分離用カラムの後に第2のサプレッサーカラムを設けることにより、溶離液中のイオンを除去するデュアルカラム法を考案した。一方、Fritzら²⁾は、カラム充填剤に交換容量の非常に低いイオン交換樹脂を用い、電気伝導度の低い溶離液を選べば、サプレッサーカラムなしでイオンの測定ができるシングルカラム法を考案した。シングルカラム法は、分離用カラムと検出器を直結して測定する方法であり、装置の構成は通常の高速液体クロマトグラフと何ら変るところがない。

日立では、低交換容量のイオン交換カラム、低ノイズの電気伝導度検出器を開発し、シングルカラム法によるイオンクロマトグラフを製品化した。今回開発したL-3700形電気伝導度モニタを図1に示す。

2. 装置の概要

図2に装置の流路図を示す。ポンプは高速液体クロマトグラフィー用の655A-12形を用い、高感度で測定する場合には、ポンプの残留脈流を更に低減するためダンパーを使

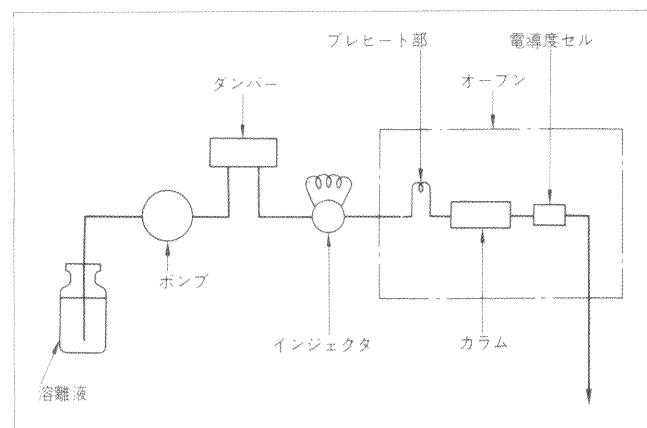


図2 流路図

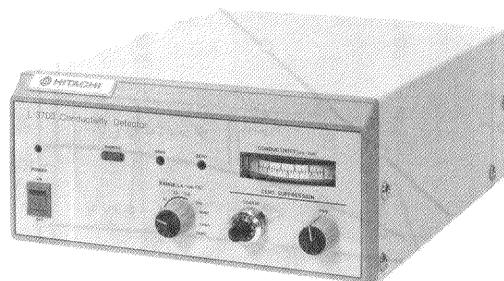


図1 L-3700形電導度モニタ

用する。カラムおよび電気伝導度フローセルは655A-52形カラムオープン内に取め40°Cの恒温に保つ。

図3に電気伝導度検出器のフローセルの構造を示す。電極表面での分極による測定誤差やノイズを低減するため、4極電極構造とした。印加電極間に1kHzの交流電圧を印加

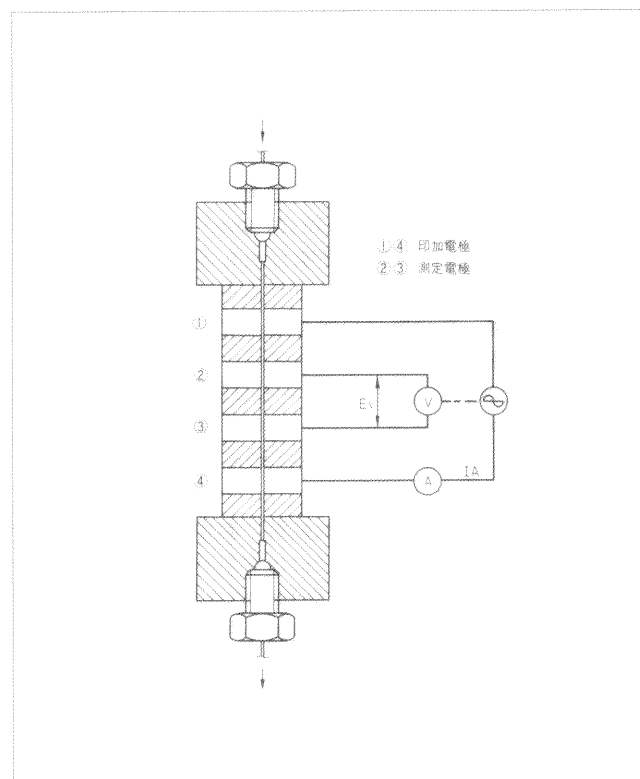


図3 電気伝導度検出器フローセルの構造

* 日立製作所 那珂工場 光学装置設計部

** 日立製作所 那珂工場開発部

*** 日立計測エンジニアリング株式会社

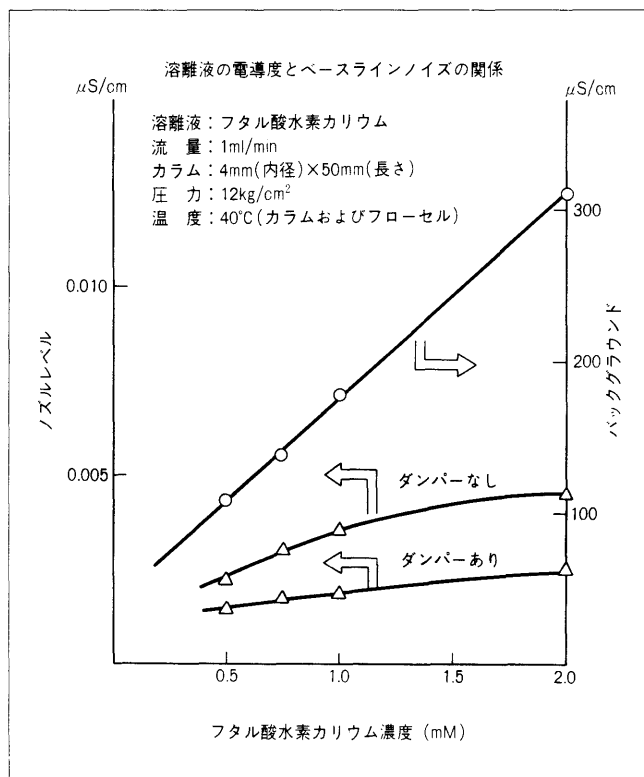


図4 溶離液の電気伝導度とベースラインノイズ

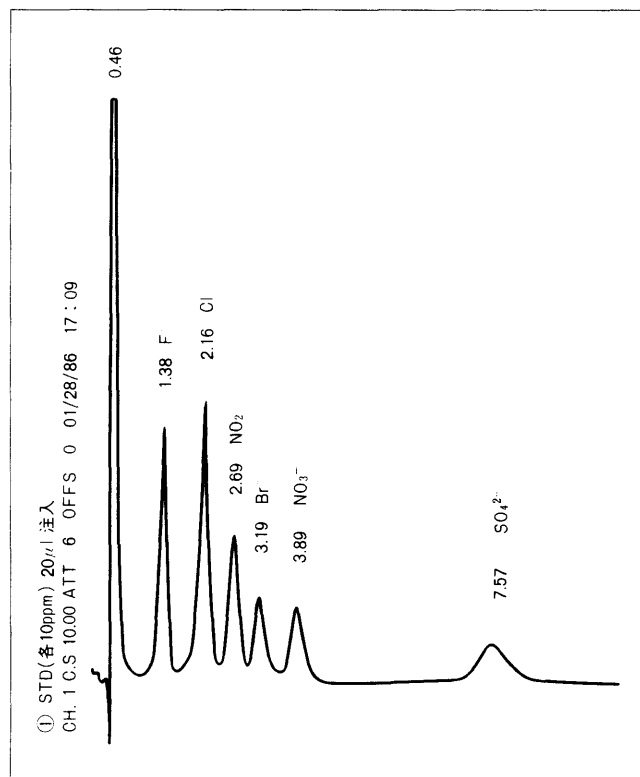


図5 標準試料のクロマトグラム(10ppm, 20μl注入)(分析条件は図4に同じ、但し溶離液濃度は0.75mMフタル酸水素カリウム水溶液を使用)

し、溶液の電気伝導度に比例して流れる電流により、測定電極間に発生する電位差を測定する。測定電極の電圧計の入力抵抗を十分大きくし、電流が流れ込まないようにすることにより、測定誤差の原因となる界面インピーダンスが測定電極上に発生しないようにした。またセルの容量は、測定電極間で $0.8\mu\text{l}$ と小さくし、ピークの広がりを極力小さくするようにした。

陰イオン分離用カラムは、交換容量が $20\mu\text{g/g}$ という低交換容量の陰イオン交換樹脂(粒径 $10\mu\text{m}$)を、内径4mm、長さ50mmのステンレス管に充填したものである。このカラムは低濃度のフタル酸水素カリウムを溶離液に用いて、陰イオンを迅速、高分離に分離することができる。

図4に溶離液の濃度とベースラインノイズの測定結果を示す。ポンプに脈流除去用ダンパーを使用し、溶離液に0.75mM以下のフタル酸水素カリウム溶離を用いることにより、ノイズを $0.002\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下に抑えることができた。

3. 測定例

図5に10ppmの陰イオン標準試料を測定したクロマトグラムを示す。この場合、ポンプにはダンパーを使用していないが、ppmレベルの試料が十分測定できることがわかる。また分析の再現性は最も重要な性能の一つであるが、表1に示すようにCVで1%以下と良い結果が得られた。

図6は高感度分析のクロマトグラムであり、 Br^- イオンで100ppb以下の検出が可能である。

図7～図9は実際の試料を分析したクロマトグラムを示す。いずれも試料をろ過後直接注入し分析した例である。

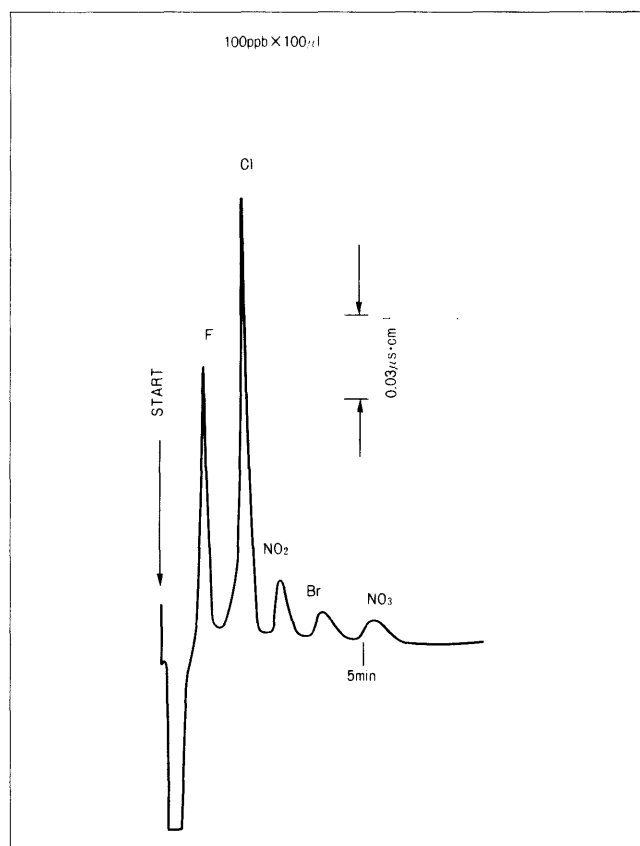


図6 高感度分析例

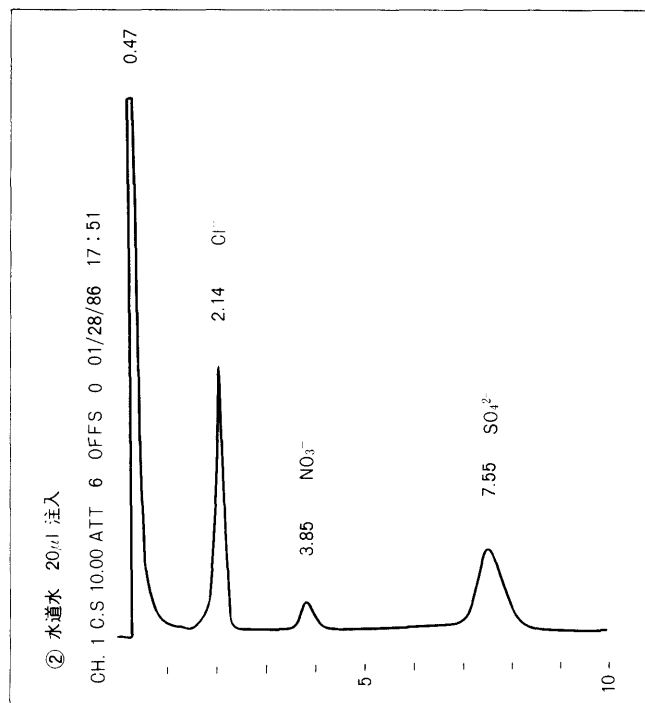
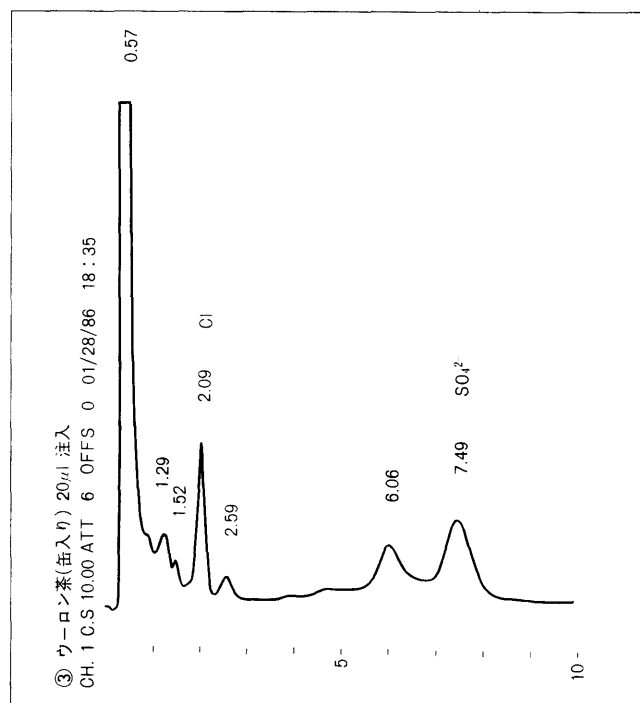
図7 水道水の分析 (20 μ l注入)

図8 ウーロン茶 (缶入り) の分析

表I 5ppmでの再現性(100 μ l注入, ピーク高さについて)

n	成分	Cl	NO ₂	Br	NO ₃
		H	H	H	H
1		173.7	105.9	59.2	47.0
2		174.5	106.0	59.5	47.3
3		173.8	105.7	59.0	47.1
4		175.0	106.9	59.5	47.5
5		173.0	105.1	59.0	47.0
6		174.3	106.0	59.5	47.5
7		173.7	105.8	58.5	47.0
8		175.2	106.0	59.5	47.2
9		172.5	105.1	58.5	47.0
10		173.2	104.5	57.5	46.0
x		173.8	105.7	58.97	47.06
σ		0.86	0.63	0.61	0.40
C.V (%)		0.49	0.60	1.03	0.85%

4. おわりに

低交換容量カラムと低ノイズ電気伝導度検出器を用いることにより、シングルカラム法によるイオンクロマトグラフィーでppm~ppbレベルのイオンの測定が可能となった。シングルカラム法は、サプレッサー機構がないため装置が簡単であり、通常のHPLCと同様な操作で測定が可能である。今後、試料濃縮装置などの付属装置を開発し、更に微量試料の測定も可能にしたい。

参考文献

- 1) H. Small, T.S. Stevens, and W.S. Bauman, Anal. Chem. **47**, 1801 (1975)
- 2) D.T. Gjerde, J.S. Fritz, and G. Schmuckler, J. Chromatogr. **186**, 509 (1979)

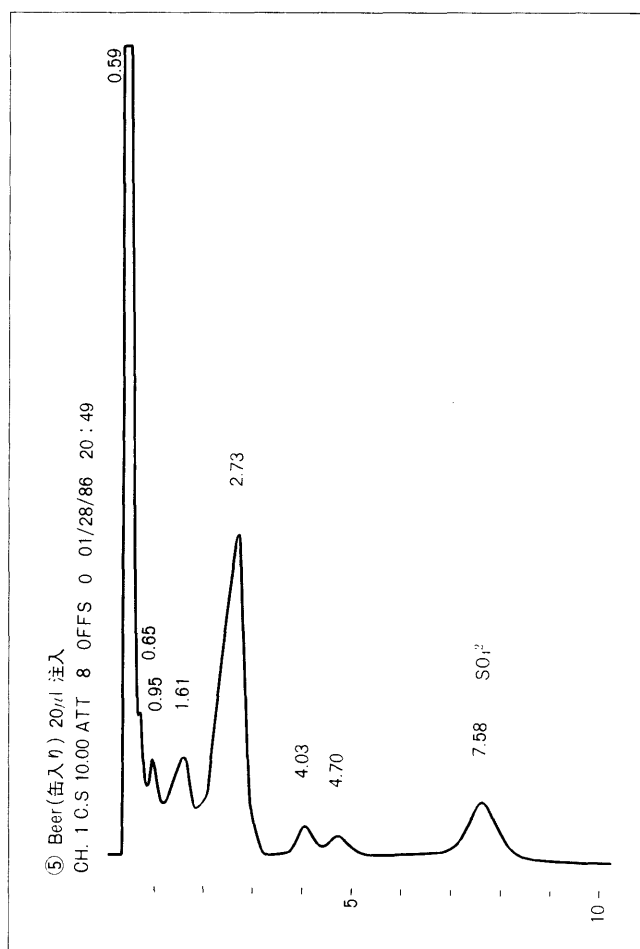
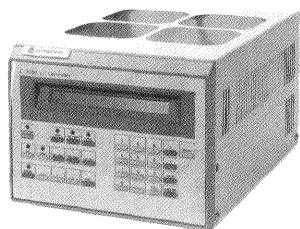


図9 ビールの分析

Topics

L-5000形 日立LCコントローラ



このたび、L-5000形LCコントローラを製品化し、ワイドな使用目的に対応できるように致しました。655A形ポンプのほか655A-40形オートサンプラ、D-2000形データ処理装置、および新たに開発したL-3000形マルチ測光検出器などと組合せて使用します。それらの各ユニット間をPAN (Private Area Network) 通信により自動化HPLCとしてご使用いただけます。

L-5000形LCコントローラは、グラジェントシステムとして、1ポンプ3液混合と流量制御可能な低圧グラジェントおよび2ポンプ2液混合と流量制御可能な高圧グラジェントシステムの機能を有しています。また、低圧グラジェントシステムにおいては、もう1台の補助ポンプの流量制御を行ない、濃縮カラム、高圧切換バルブなどを併用することで、希薄試料の濃縮、試料の前処理等多様な分析が可能となります。

■特長

1. 自動液クロシステムが組めます。

- (1) 試料注入からデータの打出し、測定終了後のシステムの自動停止まで、全自動化ができます。
- (2) 接点信号、分析専用ネットワークの2種類の通信方法を用いているので、簡単なシステムから複雑なシステムまで自由に自動化システムが組めます。

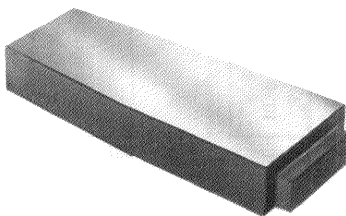
2. 分析に必要な多様なテクニックが駆使できます。

グラジェント溶出法、希薄試料の濃縮、試料の前処理等多様な分析手段を駆使できます。

3. 未知試料の分析に豊富な情報を提供します。

- (1) L-3000形マルチ測光検出器と組合せることおよび2波長の比を測定することにより、ピークが単一成分であるか、複数の成分が含まれているかを測定することができます。生体試料のように標準試料のない未知成分が多く含まれた試料の分析に極めて有効です。
- (2) 波長を切換えながら分析できるので、微量成分の検出も見落としません。

宇宙の謎に挑む 日立高性能回折格子



宇宙からの極紫外線を検知・分析して、宇宙の謎に迫ろうという極紫外探査衛星打上げ計画が、NASA (米国航空宇宙局) で進められています。極紫外線は空気で吸収されてしまうため、大気圏外へ衛星を打上げる必要があります。その打上げ予定は1980年代末と言われています。その衛星に搭載される極紫外用分光器は、カルフォルニア大学バークレー校の宇宙科学研究所で開発されましたが、その心臓部である分光素子に日立の回折格子が採用され、このほど製品が納入されました。

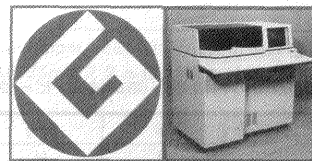
この回折格子は、中央研究所で開発された製品 (平面に不等間隔溝を特別な数学的条件を守りつつ1mmあたり最高3,600本、刻線面積200mm×80mmに刻線したもの) をマスターとして、那珂工場でレプリカを製作し、世界で唯一日立だけが選定され、納入したものです。この回折格子で分光された極紫外光は、ほかの光学部品の助けを借りることなく、直接平面検知器上にスペクトルを結像し、多波長スペクトルの同時観測が可能となるため、宇宙探査に大きく貢献するものと期待されています。

日立製作所は、これまで平面等間隔溝に始まり、凹面等間隔溝、凹面不等

間隔収差補正形、スペクトルの平面結像形など各種の回折格子を開発。これらを組み込んだ各種装置を製作し、分析分野で多くのユーザーにご使用いただいてまいりましたが、今回の納入でまたひとつその歴史に画期的1ページを加えました。

通商産業省選定グッド デザイン商品に 3製品が選定さる

通商産業省選定グッドデザインに商品の選定審査は、昭和60年8月から10月にかけて、海外商品を含む4,963点の申請について実施され、1,390点が合格しました。このうち、日立製作所から217点申請し、49点が合格。那珂工場から



昭和60年度

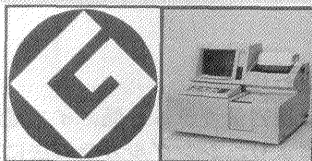
グッドデザイン商品選定証

選定番号	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名

上記商品はそのデザインが優れたものとして選定されたことを証します

昭和60年10月31日
通商産業大臣 村田敬太郎

7050形日立自動分析装置



昭和60年度

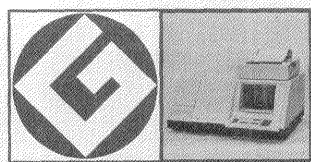
グッドデザイン商品選定証

選定番号	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名
選定品名	選定品名	選定品名	選定品名

上記商品はそのデザインが優れたものとして選定されたことを証します

昭和60年10月31日
通商産業大臣 村田敬太郎

U-3200形日立自記分光光度計



昭和60年度 グッドデザイン商品選定証

受賞番号	60-0115-04	部門	工業機械器具
製品名	日立分光光度計	メーカー	日立製作所
型式	F-3000形	特長	小型・軽量・高精度
用途	分光光度計	特長	小型・軽量・高精度
特長	小型・軽量・高精度	特長	小型・軽量・高精度

上記商品は、そのデザインが優れたものとして選定されたことを証します

昭和60年10月31日
通商産業大臣 村田敬太郎

F-3000形日立分光光度計

申請した5点のうち、医療部門に応募した7050形自動分析装置、産業機械部門に応募したU3200形自記分光光度計、F3000形分光光度計の3点が見事に合格、グッドデザイン商品に選定されました。

本審査は、現品による外観、性能、信頼性など多くの厳しい検査によって行われるもので、単なるスタイルの良さだけでなく、性能品質も優れた商品として認められたものです。

第5回日立マスマユーザーズカンファレンス開催



60年度日立マスマユーザーズカンファレンスが12月17日（東京）、18日（大阪）の日程で開催されました。多くの日立マスマユーザーのバックアップにより、この会も回を重ね今回で5回となりました。年々参加者も増え、東京会場150人、大阪会場100人計250人の参加を頂きました。

今回のテーマとして「バイオにおけるマスマスペクトロメトリー」とし、この分野における権威ある先生方に種々の話題を紹

介して頂きました。LC/MSの開発の現状と将来性に関し名大(工)拓植先生、LC/API/MSに関し日立基礎研究所の坂入から紹介があり、LC/MSが身近なものになったことが印象付けられました。国立下志津病院の柿沼先生から「先天性代謝異常症のスクリーニングに関するマスマの利用」。科学警察研究所の岸先生からは「裁判化学におけるマスマの役割」の二つの話題が興味深く紹介されました。今回新しい試みとして「TLC/SIMSの可能性と期待」と題しパネルディスカッションを行いました。予定の時間をオーバーしてパネル及び参加者間で活発な討論がなされ、今後この手法の発展が大いに期待されました。また短時間で多くの情報を交換するため、ポスターセッションによる発表も行いました。

今後日立マスマユーザー間の情報交換、親睦のため、この会をさらに発展させていきたいと考えております。

(加藤義昭記)

SEMICON-JAPAN '85開催さる

恒例の SEMICON-JAPAN '85 SHOWが、去る1985年12月3日～5日の3日間、東京晴海国際見本市会場で開催された（主催：マーマコムインターナショナル、後援：在日米国大使館）。

全般的な半導体産業市場の不況、日米貿易摩擦問題等極めて厳しい環境の

中で開催されたものの、出展社数は807社、入場者数は5万2,000人（前回は10%増、いずれも主催者側報告）を数え盛況であった。

今回の展示の特徴としては、下記がポイントとして挙げられる。

- (1) 8"ウェーハ対応
- (2) 自動化
- (3) ロボット

このような全体の動きの中で、日立の展示小間においてはまず入口に球形マルチ Display を大きく設け、極めて Attractiveな演出を図り、全体的には半導体のプロセスに対応して縮小投影露光装置等の関連製造装置をはじめ数多くの評価、検査装置をラインアップするなどの細かく理解しやすいレイアウトで、参観者の注目を引き好評を博した。

那珂工場の展示製品関係では、評価検査用電子装置として昨年に続き、今回も展示物の目玉機種のひとつであるカセット方式付き半導体測長専用FEB測長装置S-6000と半導体プロセス評価装置S-806の2機種の電界放射形走査電子顕微鏡2機種を展示した。

これらは昨年に引き続き来客の高い関心を集め、効果的なPRを行うことができた。電子ビームによる評価、測長技術が超LSIの開発、設計及び製造上不可欠のプロセスとして今後ますます期待されよう。

会期を通じて日立のFE（電界放射）技術の優秀性、安定性が顧客に広く浸透してきており、その信頼性とともに性能が高い評価を受けていることを強く感じた次第である。

(引田周平 記)



Topics

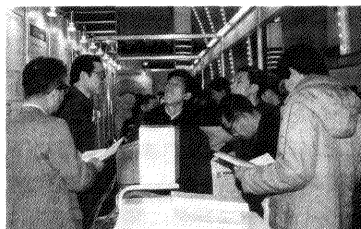
第1回北京分析測試学会 及び展覧会開催さる

去る昭和60年11月18日から27日の10日間、北京市で第1回分析展及び展覧各社による技術交流会が開催された。同時に平行して学術報告会が友誼賓館にて開催され、中国国内及び日本、欧米からの多数の参加者があり盛況裡に閉幕した。

中国側の主催者は国家科学技術委員会で、協賛として中国電顕学会、マス学会、光学分析学会、クロマト学会、スペクトラム電波学会等、各種の主要な学会参加があった。

日立は、H-800等電顕を3機種、R-90H等電磁関係3機種、Z-8000等光装関係等10機種、医用705等最新で中国市場にマッチした全17機種を展示した。

概況としては、今回の北京における分析学会及び展覧会は、中国側主催としては初めての全国的かつ最大規模の催しもので、出品者は中国、日本、ヨーロッパ、米国を主として全体で118社



の参加をみた。日立グループとしての25小間に日立那珂工場製品17機種のほか、日立工機の遠心機、平沼産業の自動水分測定装置等総計24機種の最新モデル、及び中国市場にマッチした製品を出展し、ほとんどの出展機種を実演し、中国ユーザーから性能、品質の点で非常に高い評価を得た。

参観者は中国各地の研究機関・病院・大学等の政府機関、購入窓口の会社、工場から厳選された幹部がほとんどで、日立技術による実演と併行して行なわれた技術交流にも自ずと熱が入り、効果的なPRの場となった(入場者3,000人/日、通期30,000人)。

同時に友誼賓館で開催された分析測試学術講演会には、総件数580件の国内外の論文発表がなされ、日立からは保田主管技師長他4人による8件の講演を行なった。全般的にはMS/NMR、TEM/SEM、AA、LC/GC等の内容に集中し、興味を持たれた分野としては金属、生物、半導体等である。

今回の分析展によるPRにより、中国のユーザー各位の日立製品に対する高い信頼と期待を頂けたものと確信している。

(浅村 聡 記)

日製産業株式会社

本社 電話 東京(03) 504-7211
水戸営業所 電話 水戸(0292)32-0112
新潟営業所 電話 新潟(0252)41-3011
名古屋支店 電話 名古屋(052)583-5841
四国営業所 電話 高松(0878)62-3391
九州支店 電話 福岡(092)721-3501

札幌支店 電話 札幌(011)221-7241
筑波営業所 電話 土浦(0298)23-7391
北陸営業所 電話 富山(0764)24-3386
京都営業所 電話 京都(075)241-1591
岡山営業所 電話 倉敷(0864)25-1316
沖縄出張所 電話 那覇(0988)78-1311

仙台支店 電話 仙台(0222)64-2211
横浜営業所 電話 横浜(045)671-5421
豊田営業所 電話 豊田(0565)28-5191
大阪支店 電話 大阪(06)366-2551
広島支店 電話 広島(082)221-4514

<編集後記>

- 本号は、生化学特集として編集致しました。
- 遠山先生ほか、諸先生には、血中の微量のプロスタグランディンを、逆相高速液体クロマトグラフで、多成分同時分析を行った例につき報告して頂きました。
- 異なる分離モードを組合せたマルチカラムHPLCは、急性肝不全関連の成分の検出に有効であり、今後の発展が期待されます。
- TLCとSIMS法の特長を組合せたTLC/SIMSシステムは、試料の前処理を必要とせず、特に生化学分野の試料の高分離能、高感度分析に威力を発揮するものと期待されます。

- 日立科学機器による報文のご投稿を歓迎致します。

- 本ニュースに関するお問合せは、下記へ、または、日製産業株式会社の上記各事業所へご連絡ください。

- 株式会社 日立製作所 那珂工場 応用技術センター

茨城県勝田市市毛882番地

〒312 電話 水戸(0292)73-2111(代)

- 日製産業株式会社

科学機器営業本部 企画開発部

東京都港区西新橋1-24-14

〒105 電話 東京ダイヤルイン(03)504-7187

THE HITACHI
SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
SPRING 1986 Vol.29 No.1

発行 昭和61年4月1日(年4回発行)
発行人 岡本匡史
編集人 永谷 隆 岩井孝之
発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部 科学機器部
〒100 東京都千代田区丸の内1-5-1新丸ビル
電話 東京(03)214-3123(直通)
印刷所 日立印刷株式会社