

HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

SEP./OCT. 1991
VOL.34 NO.5

● 目 次 ●

特集 ライフサイエンス I

巻頭言

発想の転換今堀 和友- 1

報 文

GC-MSでのぞき見た昆虫たちの
不思議な世界.....
.....山岡 亮平 小崎 晶子- 3

タンパク質の電気泳動 ...真鍋 敬- 9

リン酸-フェニルヒドラジンを用いた
HPLCによる血漿中糖の分析 ...
.....阿部 修三-14

解 説

R-3000形日立超電導FT-NMR装置
田村 充 高比良楨資 笹淵 仁
七字 邦夫 小室 仁 菊地 賢一-19
日立医用液体クロマトグラフ.....
.....三浦 順吉 伊藤 正人
藤井 芳雄 佐竹 尋志 梅里 文則-23

新製品紹介

U-6500形日立顕微分光光度計 2
U-3000/3300形日立自記分光光度計- 8
G-5000形日立ガスクロマトグラフ -28
EP-3000形日立イメージプロセッサ- 2
F-4500形日立分光蛍光光度計27

トピックス

第39回ASMSカンファレンス開催
さる18
X XVII Colloquium Spectroscopium
Internationale, 及び/PreSymposium
である高温炉原子吸光国際会議
開催さる13
ACHEMA '91展開催さる27
第8回イオンクロマトグラフィー
討論会開催さる28

特集 ライフサイエンス I

巻 頭 言

U.D.C. 577.112.012

発想の転換

Revolution of Idea

今堀 和友*

タンパク質構造討論会というものがある。今年で第42回を迎えるわけで、この種のものの中でも最も長い歴史をもつものの一つである。それだけに、一次構造を含めたタンパク質の構造研究法がたどった道を共に歩んできた会でもある。一次構造決定のきっかけとなったSangerのDNP法なるものが、赤堀四郎先生によって紹介されたのは、第二回か第三回かの討論会であった。

初期の時代では一次構造の決定は一大難事業であり、Sanger自身DNP法発見以後8年間を経て、1953年にやっとインシュリンの一次構造の決定に成功している。その後、タンパク質の分解法、ペプチドの分離法等が改良され、さらにはEdmanが発見したPTH法を利用した「アミノ酸配列自動決定装置」が出現して非常に加速されたものの、一次構造の決定は依然「年」のオーダーを要する難事業であった。それは、各段階における技術は進歩したとしても、基本的戦略が同じだったからである。すなわち、酵素の特異性を利用して、タンパク質を特定のアミノ酸の所で切断してフラグメントに分ち、それぞれのアミノ酸配列を決めたうえで、それらをつなぎ合わせて全構造を決めるというものである。

昭和30年代の後半であったタンパク質構造討論会の懇親会の席上で、DNAの塩基配列が決定できるかどうか話題になった。全員の感想は否定的であった。それは、DNA分子はあまりにも大きいし、それを切断しようにも、タンパク質のように20種類のアミノ酸の特異性を利用してフラグメントを得るという方法は、たった4種類の塩基しかもたないDNAには通用しないからである。それでも比較的低分子であるtRNAについては、Holleyが1965年、タンパク質に用いたのと同じ戦略で、その構造を決定することに成功した。

今日DNAの塩基配列がいつも容易に決められ、タンパク質の構造をDNAから逆に決定するのが常道となったのは、タンパク質に用いられたものとは全く別の手法を



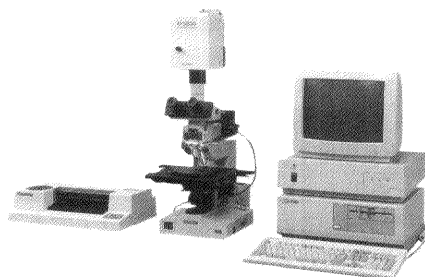
用いたからである。まず、フラグメントにするのには制限酵素を用いている。これは特異な塩基ではなく、塩基配列を認識する酵素であるから、大きなフラグメントが得られる。次いでそのフラグメントの塩基配列に用いられる、例えばMaxam-Gilbert法は、末端から1個ずつ決めてゆくというのではなく、分解混合物をそのままゲル電気泳動で分析するという、タンパク質に用いられたものとは全く別の発想に基づいている。分析法において一大ブレイクスルーを行うには、この種の発想法の転換が必要とされよう。

筆者略歴

現職	株式会社三菱化成生命科学研究所 所長
生年月日	大正9年6月1日
本籍	東京都
出身	大阪府
略歴	昭和19年 東京帝国大学理学部化学科卒業 昭和19年 東京帝国大学理学部助手 昭和25年 東京大学教養学部助教授 昭和36年 東京大学教養学部教授 昭和44年 東京大学農学部農芸化学科教授専任 昭和51年 東京大学医学部教授専任 昭和56年 東京都老人総合研究所所長 昭和61年 株式会社三菱化成生命科学研究所所長
学位その他	理学博士、東京大学名誉教授
専門	生化学
代表著書	「生命と分子」 ダイアモンド社(1968) 「正体分子概論」 培風館(1978) 「生化学」 岩波書店(1985)
公職	資源調査会委員 (科学技術庁科学技術政策課資源室) 岡崎国立共同機構基礎生物学研究所評議員 (財)長寿科学振興財団理事 (厚生省大臣官房厚生科学課) (財)バイオインダストリー協会理事、副会長

新製品紹介

U-6500形 日立顕微分光光度計



日立が世界に誇る回折格子技術により開発した無収差凹面回折格子に高感度検知器(イメージインテンシファア付きフォトダイオードアレイ)を組み合わせ、超高感度の顕微分光光度計を実現

現しました。

■特長

- (1) 波長範囲390~780nmの反射・透過・蛍光スペクトルが測定可能
- (2) 最小測定スポット径1 μm
- (3) 日本語表示はもちろん、親切なヘルプ機能や自動最適条件設定機能など、使いやすいくふうがいっぱい。
- (4) 蛍光スペクトル検索や色彩分析名など、多彩なオプションソフトが充実。

(松井 繁 記)

EP-3000形 日立イメージプロセッサ

SEM用の画像処理装置として、EP-3000の形イメージプロセッサを開発し、本年3月下旬から出荷を開始しました。

この装置には次の特徴があります。

- (1) SEM像を静止画像として、リアルタイムに表示し、明るい部屋での像観察



が可能です。

- (2) 光磁気ディスクへの画像の大量ファイリングが可能です(2,000枚)。
- (3) 豊富な検索機能により、必要な画像をすばやく、容易に探し出せます。
- (4) 高解像度での画像記録が可能であり、ファイリングした画像の再生写真を鮮明に撮影できます。

SEMとのコンビで研究開発の効率を大幅にアップさせる装置です。

(中山佳彦 記)

報 文

“GC-MSでのぞき見た昆虫たちの不思議な世界”

その1：テントウムシはなぜガラス窓の上を自由に歩きまわれるのか？

The Magical World of Insects Inspected through Gas Chromatography-Mass Spectroscopy

Part. 1: Why can the lady beetle walk on a glass window?

山岡 亮平* 小崎 晶子**

(平成3年5月22日受理)

1. はじめに

初春のポカポカ陽気の縁側で、のんびり日向ぼっこをしていると、どこからともなくテントウムシが飛んできて、目の前のガラス窓にとまった。ぼんやり“テントウムシのサンバ”を口ずさみながら眺めていると、どんどん上のほうに登っていく。この一見あたりまえの光景を私とは違って、“不思議だなあ”と思って注意深く眺めた人がいる。その人の名は石井象二郎先生と言い、京都大学農薬研究施設の名誉教授で私の恩師でもあり、また応用昆虫学の分野では世界的に有名な人物である。先生は、この光景を見て「なぜテントウムシやハエなどの昆虫の一部は、ツルツルのガラス面や天井でさえも、重力に逆らって自由に歩けるのだろうか」と考えられ、その疑問を解くために数々の実験が行われた。

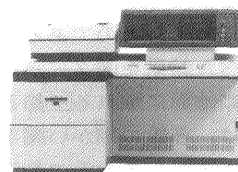
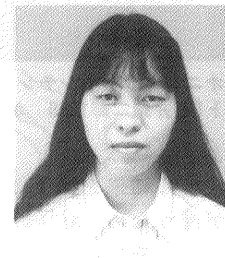
この報文では、最初に先生が行われた非常におもしろい実験、およびその結果について解説し、ついで我々の担当した化学的謎解きと、総合的結論について述べる。

2. 石井先生の謎解き

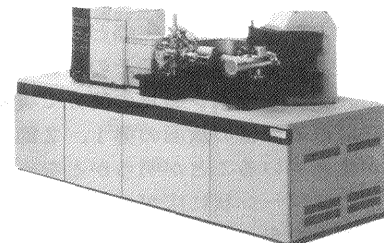
先生はこの忍者まがいの昆虫の材料として、裏の家庭菜園に植えたナスやトマトの葉を食べあらしめている、テントウムシ科のオオニジュウヤホシテントウを選んだ。この虫なら、農薬を撒いていない菜園でどんどん繁殖しており、いくらでも入手可能である。

垂直のガラス面を歩くために予想される方法としては、(1)足の裏に吸盤がついている、(2)足の裏に粘着物がついている、などが考えられる。

テントウムシを多数大型のガラスシャーレに入れ、自由に歩きまわらせてみた。しばらくたつとガラスの表面がベトトリ何かでぬれてくるのがわかった。そこでテントウムシを取り除き、ガラスシャーレの内部をエーテルで洗いその洗液を集めた。エーテルを留去すると後に油状の物質が残った。この油状物を薄層クロマトグラフ分析に供したところ、炭化水素類とワックスエステル類を主成分とし、その他トリグリセリド類の存在が認められた。また、いずれの物質も室温では固定せず油状を呈した。どうもテントウ



M-80B形 日立二重収束質量分析計



M-2000形 日立二重収束質量分析計

ムシは、これら油状物の粘着力をうまく利用してガラス面を歩いているようである。これらの油状成分の化学的分析を、後に我々が行うことになった。

それでは、どのように粘着性のある足の裏の油状物を、ガラス面上を歩く際に利用しているのだろうか。テントウムシを歩かせて、その足跡がどうなっているのか、実際に見たいものである。そこで石井先生は、テントウムシをガラス板の上を歩かせ顕微鏡で丹念に調べたが、それらしいものは見つからなかった。しかし、微分干渉顕微鏡を使ってムシが歩いたあたりを調べてみると、ガラス面に微細な液滴が毛の配置と同じように千鳥格子に並んでいるのが見つ

* 京都工芸繊維大学 繊維学部 応用生物学科

** 京都工芸繊維大学 繊維学部 応用生物学科 (現 ワコール人間科学 商品研究開発センター)

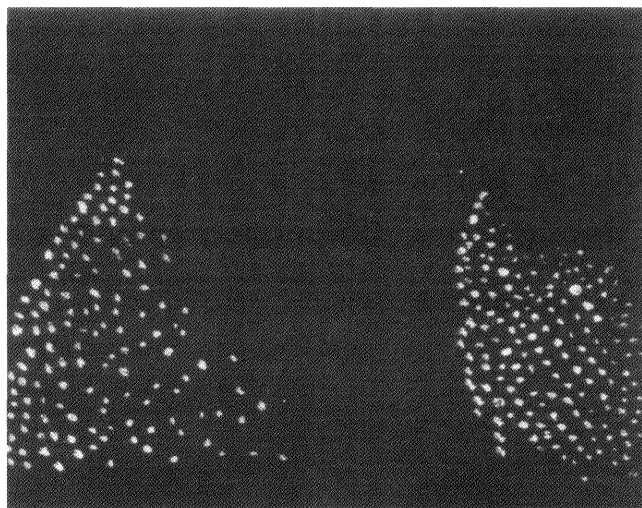


図1 オオニジュウヤホシテントウが、ガラス板に残した足跡のイラスト(石井象二郎1988 から改写)

かった。その結果を図1に示しておく。油成分はガラスと屈折率が違うため、直径数 μm ほどの無色透明の細かい多数の粒が、その足跡として見事に捕らえられた。ベッタリと一面に足型状に油がついているわけではなかったのである。この足の形状は何を意味するのであろうか、またテントウムシの足の裏は実際どのようなになっているのであろうか。走査電顕を使ってその形態を調べた結果を図2に示した。テントウムシの足の部分で実際に地面に触れるフ節と呼ばれる部位の腹面の第1, 2節には、多数の細かい剛毛が生えていることが明らかとなった。また、その毛の先端部はスプーン状に広がっており、ガラス面にとまったり、その上を歩くときは、その毛の先端部のみが面と接していると考えられる。テントウムシの足の裏が、カエルの手のひらのように平坦であり、そこにもしベッタリと油が滲み出ていれば、いったん下ろし何かの表面に付着した足を再度うかせるには非常に強い力が必要となると考えられる。それに対し、多数の剛毛の先から油状物を分泌しそれぞれの表面張力で接着を行った場合、ベッタリ一面で付着した場合と比較して接着力はより強く、脱着に要する力はより小さくてすむだろう。

それではテントウムシはどの程度の重さの加重に耐えて、ガラスの天井に“忍者ハットリくん”のようにはりついて歩けるのだろう。この問題に関しても先生はおもしろい実験を行っている。その方法を図3に示しておく。テントウムシの胸部の第一節と第二節の間を絹糸でしばり、ピーカーの上部に渡したガラス板状を歩かせる。その際、前もってそのテントウムシの重さを量っておき、体重と同程度の既知の重さのおもりを、糸の先端部にセロテープではりつけ、徐々にその数を増やしていく。その結果、テントウムシでは、体重の5倍程度のおもりの付加に耐えて天井を歩けることが明らかとなった。

3. 足跡物質中の主要粘着物質の構造

(材料と方法) 足跡物質のサンプリング：ナナホシテントウ(C.s.), ニジュウヤホシテントウ(E.v.p.) オオニジュウヤホシテントウ(E.v.m)をそれぞれ20-30匹ずつガラスのシ

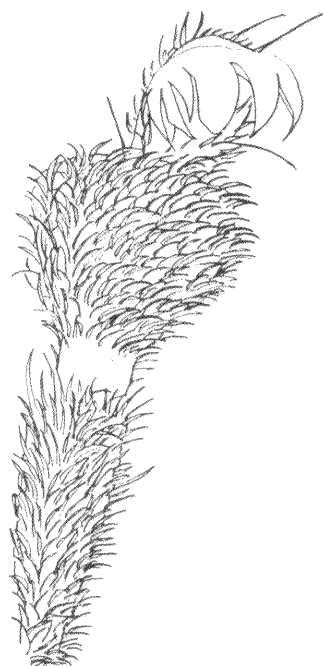


図2 フ節の腹面の走査電顕写真のイラスト

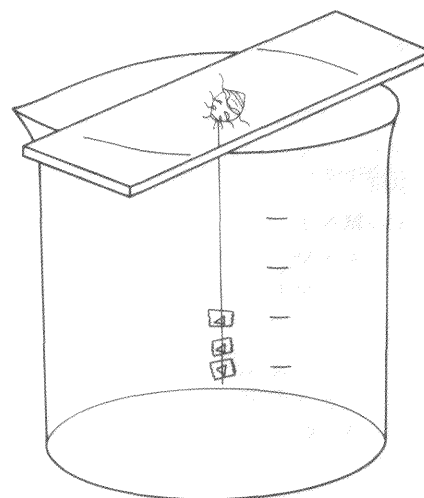
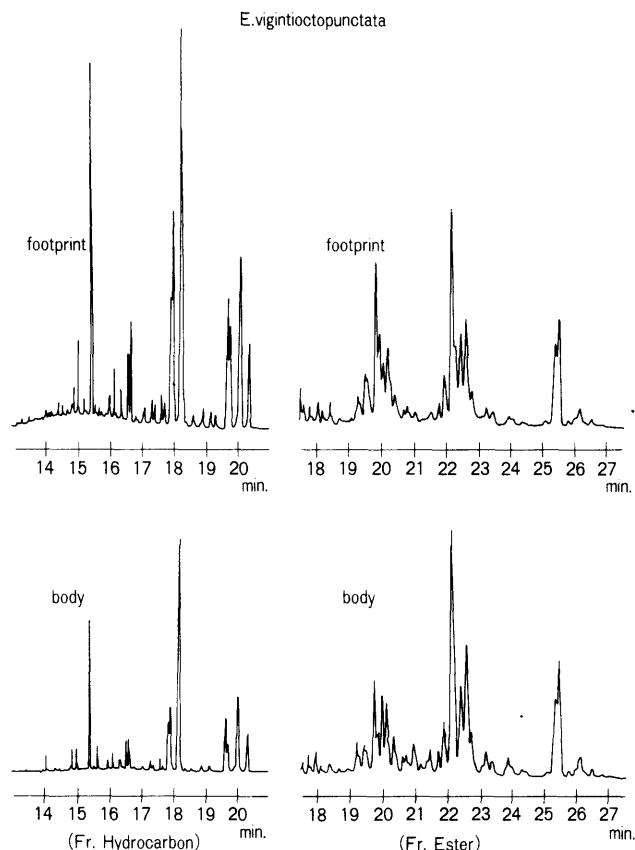


図3 オオニジュウヤホシテントウが、どれだけの重さに耐えてガラス天井を歩けるかの実験(石井象二郎1988 から改写)

ヤーレに入れ、自由に歩きまわらせ数時間後にその内壁に付着した油分をエーテルで洗い集めた。分析：TLC分析を行い、足跡物質の主成分の化学種を推定した。シリカゲルカラムクロマトグラフィーによって、それぞれの主成分であった炭化水素、モノエステル類を分画し、キャピラリー-GC-MS分析を行った。

GC-MS分析：HP5790+Hitachi M80B, カラム；クロスリンクトメチルシリコン(HP), 12.5m, i.d.0.25mm, 気化室温度；300℃, オープン温度；80℃(1 min)→20℃/min (prog.)→320℃, イオン化エネルギー；70eV, イオン源温



Comparison of Hydrocarbon and Ester Constituents between Footprint and Total Body of E.v.

図4 足跡物質と体表成分の比較
(ニジュウヤホシテントウ)

度；250℃。

(結果) (a)足跡物質は足の裏特有のものか？

ニジュウヤホシテントウについて、その足跡物質と体表成分抽出物の間に質的な違いがあるかどうか調べてみた。その結果を図4に示した。炭化水素、モノエステルについてそれぞれ別々に比較してみたが、足跡物質と体表ワックスには全く差が認められなかった。したがって、テントウムシは足の裏だけでその特有の粘着成分を生合成して分泌しているわけではなく、体表面に存在し、水分の蒸散や病原菌の侵入を防止している体表ワックス自身がすでに粘着性を持っていることになる。

(b) 体の部分と体表ワックスの分泌量

足の裏とその他の体表における足跡物質の存在量に違いがあるのか調べてみた。その方法は図5に示したようにテントウムシを-20℃の冷凍庫に入れた後、片側の3本の脚の第一、第二関節をすべて接着剤でカバーし足跡物質が抽出されないように処理する。次いで、かみそりで体を縦に等分し、接着剤処理区と無処理区を別々に抽出し内部標準物質を加えた後、シリカゲルカラムで分離を行った。得られた炭化水素、モノエステル画分についてGC分析を行う。その結果処理区において、炭化水素画分で30%程度、モノ

	Fr. Hydrocarbon	Fr. Ester
A	62.3	80.2
B	61.3	78.4
C*	84.3	93.4
D	86.7	87.7

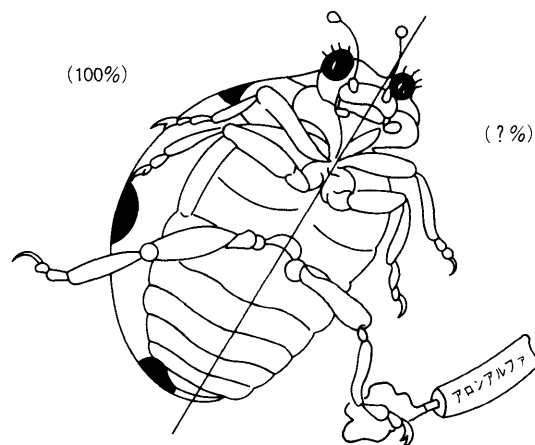
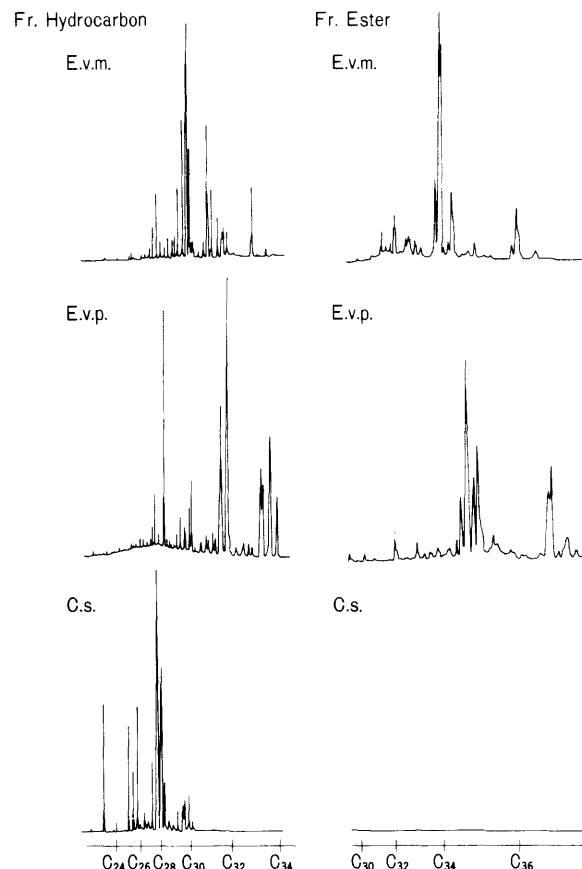


図5 足裏とその他の体表成分の量的比較



Comparison of Footprint Hydrocarbon and Ester between Three Species of Lady Beetles on GC

図6 3種のテントウムシの足跡物質の比較

エステル画分で20%程度の量的減少が認められた。この結果は、脚の先端部のフ節のさらに毛の先端部の表面積とその他の体表部の表面積を考慮すると、フ節部分における足跡物質の分泌量が異常に多いことを意味している。

(c) テントウムシの種類によって足跡物質に違いがあるか。

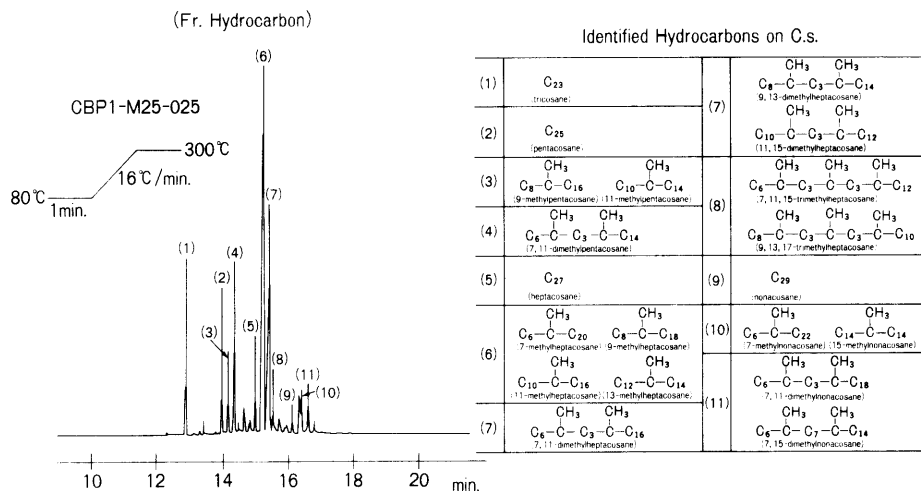
3種のテントウムシの足跡物質の比較を行った。その結果を図6に示しておく。種的に近いオオニジュウヤホシテントウとニジュウヤホシテントウの足跡物質には、炭化水素とモノエステルの存在が認められた。しかし、それぞれ質的には明らかな違いが認められた。それに対し種的に離れたナナホシテントウでは、モノエステルの存在は認められず、炭化水素のみによって構成されていた。多くの昆虫

において、その体表ワックス成分を分析することによって化学分類が可能であるとの報告があり、テントウムシの場合でもそれが可能と思われる。

(d) 足跡物質の本体は何か。

3種のテントウムシの足跡物質成分の炭化水素画分のガスクロマトグラムとGC-MS分析結果を図7(a), (b), (c)に示しておく。ナナホシテントウ図7(a)の炭化水素の主成分はモノおよびジメチルヘプタコサンであり、ピーク番号5〜8の関連化合物で全体の70%程度を占めた。クロマトグラム上ではピーク6は1本としてしか観察されないが、マススペクトルを測定してみると、7, 9, 11, 13と4種のモノメチルヘプタコサンの存在が確認された。またその中では、9メチルが主成分であった。それに対し、ニジュウヤ

C. septempunctata

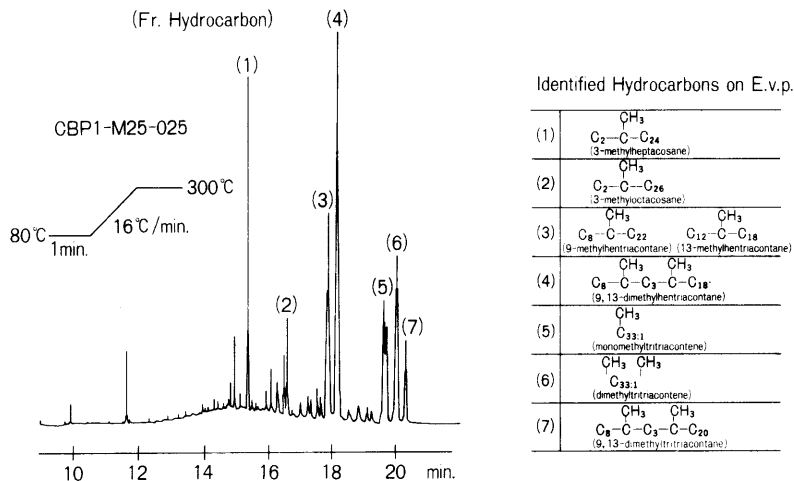


Capillary GC Profile of Hydrocarbons in Footprint

(a)

図7 (a)ナナホシテントウの足跡物質に含まれる炭化水素類のGC-MS分析結果

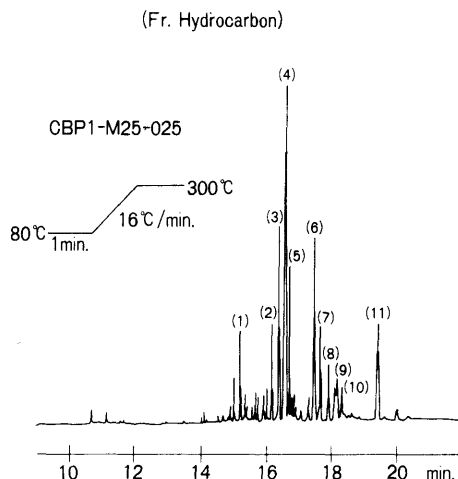
E. vigintioctopunctata



Capillary GC Profile of Hydrocarbons in Footprint

(b)ニジュウヤホシテントウの足跡物質に含まれる炭化水素類のGC-MS分析結果

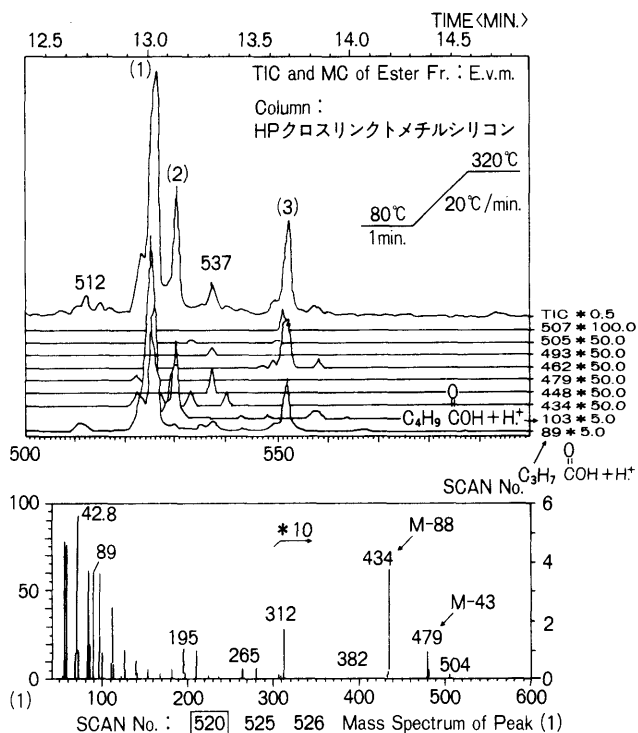
E. vigintioctomaculata



Capillary GC Profile of Hydrocarbons in Footprint

Identified Hydrocarbons on <i>E. v. m.</i>			
(1)	CH_3 $\text{C}_{12}-\text{C}-\text{C}_{14}$ (13-methylheptacosane)	(7)	CH_3 $\text{C}_{11}-\text{C}=\text{C}-\text{C}_{18}$? (12-methyl-12-hentriacontene)
(2)	C_{29} (nonacosane)	(8)	CH_3 $\text{C}_{12}-\text{C}-\text{C}_{18}$ (13-methylhentriacontane)
(3)	CH_3 $\text{C}_{12}-\text{C}-\text{C}_{18}$ (13-methylnonacosane)		CH_3 $\text{C}_{14}-\text{C}-\text{C}_{18}$ (15-methylhentriacontane)
(4)	CH_3 $\text{C}_{14}-\text{C}-\text{C}-\text{C}_{14}$? (15-methyl-15-triacontene)	(9)	$\text{C}_{12:1}$ (dotriacontene)
	CH_3 $\text{C}_{13}-\text{C}-\text{C}-\text{C}_{15}$? (15-methyl-14-triacontene)		CH_3 $\text{C}_9-\text{C}-\text{C}-\text{C}_{21}$? (11-methyl-10-dotriacontene)
	CH_3 CH_3 $\text{C}_{12}-\text{C}-\text{C}_3-\text{C}-\text{C}_{12}$ (13,17-dimethylnonacosane)	(10)	CH_3 $\text{C}_2-\text{C}-\text{C}_{28}$ (3-methyltriacontane)
(5)	CH_3 $\text{C}_2-\text{C}-\text{C}_{26}$ (3-methyltriacontane)	(11)	$\text{C}_{33:1}$ (triacontene)
(6)	$\text{C}_{31:1}$ (hentriacontene)		

(c)ニジュウヤホシテントウの足跡物質に含まれる炭化水素類のGC-MS分析結果



(1)	MW : 522 $\text{C}_{31}\text{H}_{63}\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_3\text{H}_7$ (polymethylblanched : 13·17 and?)	(2)	MW : 536 $\text{C}_{31}\text{H}_{63}\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_4\text{H}_9$ (polymethylblanched : 13·17 and?)
(3)	MW : 550 $\text{C}_{33}\text{H}_{67}\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_3\text{H}_7$ (polymethylblanched : 13·19 and?)		

図8 オオニジュウヤホシテントウの足跡物質に含まれるモノエステル画分のGC-MS分析結果
〔トータルイオンクロマトグラムとピーク(1)のマススペクトル〕

ホシでは図7(b)に示したように、総炭素数が30個以上が中心となり、9-メチルヘントリアコンタンや9,13ジメチルヘントリヤコンタンが主成分として認められた。また、メチル側鎖を持った不飽和化合物であるヘントリアコンテンも存在した。オオニジュウヤホシにおいては、図7(c)のようにモノメチルモノエチル化合物が多数存在した。

オオニジュウヤホシテントウのモノエステル画分のGC-MS分析結果を図8に示しておく。トータルイオンクロマトグラム上で最も大きいピーク(1)について、そのマススペクトルの解析を行ってみる。この化合物が高級アルコールの酪酸エステルであることは、低質量部の特異的イオン m/z 89の存在から明らかである。アルコールのカルボン酸エステルのマススペクトルにおいては、常に、構成カルボン酸+Hイオンが固有イオンとして生成する。高質量部に存在する m/z 434の偶数イオンは、分子イオンからマクラファッチー転移によって生じたイオンと考えられる。またさらに、高質量部の m/z 479イオンは分子イオンより C_3H_7 (43)の脱離したイオンとなり、酪酸エステルの固有イオンはすべて存在した。また、アルコール側の炭素鎖部分にメチル側鎖を数多く持つことは、 m/z , 195, 210, 265, 280などのイオン群から明らかであり、少なくとも、13位、17位などにメチル側鎖を持つと推定できる。ピーク1の加水分解によって生成したアルコール部のGC上の挙動からメチル側鎖を4個程度持つと推定されるが、完全な位置の決定のためにはさらに詳細な検討が必要である。ピーク2,3についても同様にして、2は総炭素数31個のアルコールの吉草酸エステル、3は総炭素数33個のアルコール酪酸エステルであることが明らかとなった。

ニジュウヤホシテントウの場合は、総炭素数32および34で数個のメチル側鎖を持った高級アルコールの酪酸エステルを主成分として持っていた。

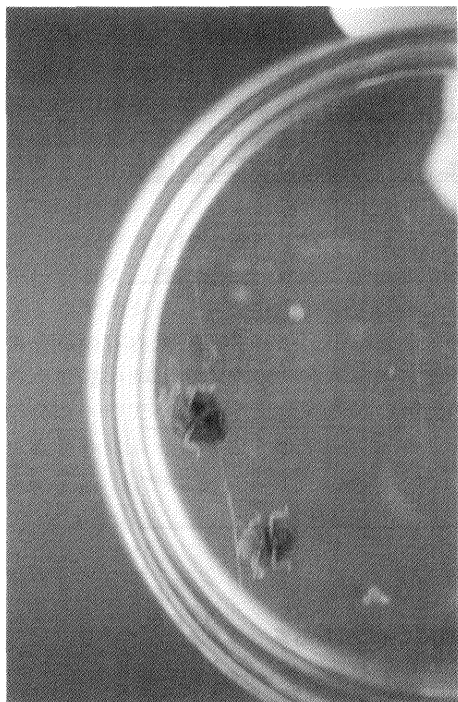


図9 予備ガラスシャーレの天井を歩くナナホシテントウ

4. 結 論

以上の結果、3種のテントウムシの足の裏に多数の分泌腺を持った細かい先端部がスプーン状をした剛毛が生えていること、また、そこから多量の分子量の大きなオイル状の炭化水素やモノエステルを分泌していることが明らかとなった。それらの分泌物の分子量は大きく、そのため揮発性がなく沸点が高いにもかかわらず液体として存在できるのは、多くのメチル側鎖や不飽和結合を分子内に有しており、融点が下がったためである。したがって、足跡物質は常温でも不揮発性の粘性を持った液体として、長期間存在できると考える。テントウムシたちは、足の裏の毛の先端に付いたこのオイルの粘着性をうまく利用して、野外では葉の裏側や枝の下側を自由に歩き回り、餌を探しているのである。

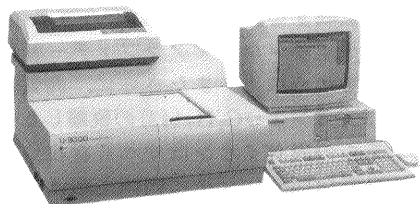
漫画の世界の「スパイダーマン」や「忍者はったり君」しかできないことを、昆虫たちはまるであたりまえのこおのように、いとも簡単にやってしまう。昆虫、宇宙人説もあながちうそではないのかもしれない。

参考文献

- 1) S.Ishii: *Appl. Ent. Zool.*, **22** 222 (1987)
- 2) 石井象二郎: 日本接着協会誌, **24** 444 (1988)

新製品紹介

U-3000/3300形 日立自記分光光度計



バイオサイエンス、医療、新素材関連などの基礎科学や最先端技術から、品質管理、教育など幅広い分野への応用が可能なU-3000/3300形日立自記分光光度計を開発しました。豊富な定量演算機能をもった汎(はん)用性の高い、高機能・高性能の分光光度計です。

アクセサリも豊富にそろえていますので、用途に応じてお選びください。

■. 特 長

- (1) データ処理部に汎用のパーソナルコンピュータを使用した高機能の分光光度計です。

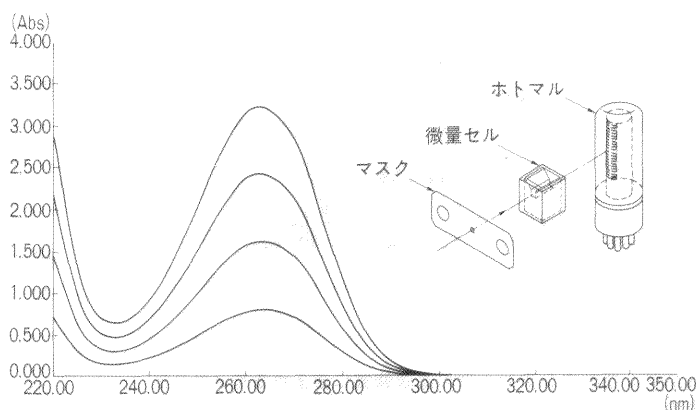
- (2) 集光光学系を採用していますので、超微量(5 μ l)試料でも正確な測定が可能です。
- (3) 高速スキャン(最高速1,800 nm/min), 低ノイズ(5×10^{-5} Abs.at500 nm)で信頼性の高い測定結果が得られます。
- (4) 豊富な記録計(プリンタ、プロッタ、プリンタ・プロッタ)の中から最適のモノを選択できます。特にプリンタ・プロッタは、カラー4色、ロールチャートで記録形式が豊富です。

- (5) ダブルモノクロメータ(U-3300形だけ)の採用により、少ない迷光で高濃度まで正しい検量線が得られます。
- (6) 特注品対応(U-3000形だけ)で、波長を1,100 nmまで延長することができます。

■. 応用例

U-3000形を使用し、5 μ lの試料量でアデノシンを測定した例を示します。高濃度の試料も少ないノイズで測定できることがわかります。

(小松 均 記)



U-3000形による超微量(5 μ l)測定例

タンパク質の電気泳動

Electrophoretic Analysis of Proteins

真鍋 敬*

(平成 3 年 6 月 20 日受理)

1. はじめに

Tiseliusが血清タンパク質の電気泳動による分離を報告したのが1937年であるから、タンパク質の電気泳動法は、すでに50年以上の歴史をもつことになる。この間に多くの方法としての改良がなされ、さまざまな名称の電気泳動法がタンパク質の分離、分析に用いられている。逆に言えば、それだけ多くの種類の電気泳動法が存在するという事実が、どの方法もタンパク質の分離、分析法としてすべての面で満足のゆくものではないことを示しているとも言える。

タンパク質の電気泳動法の発展の経過をみると、一方ではタンパク質の分離能を向上させる方向、他方では方法の操作性を向上させる方向、の2つの流れがあるように思われる。このような見方から、各種電気泳動法を開発された年代順に配列してみたものを図1に示す。同図の左側は、タンパク質の分離能を向上させるために、ゲル中で分離する方法の流れである。当初、寒天やでんぷんなどの天然物ゲルが用いられたが、アクリルアミドとメチレンビスアクリルアミドとの重合物である、ポリアクリルアミドゲルが広く用いられるようになってきている。その長所は、分子内に電荷を持たないこと、透明であること、ゲル密度を比較的自由に変えられること、などである。中央は操作性を向上させるために、水溶液中で分離する方法の流れである。

Tiseliusの移動界面電気泳動法は大量の試料を必要としたので、この点を改良するために、濾紙やセルロースアセテート膜に緩衝液を含ませ、小さい体積の水溶液で分離する方法が発展し、さらに液流速の乱れをなくすためキャピラリーを用いるようになってきている。右側に質量分析法を示したのは、



近年気相でのタンパク質の電気泳動法として意識され始めたからである。同図では、分離能を向上させる方向で最近開発された方法は、ポリアクリルアミドゲル二次元電気泳動法であり、操作性を向上させる方向で最近開発された方法はキャピラリー電気泳動法ということになっている。本稿では、この二つの方法によるタンパク質の分離例を示し、分離能及び操作性の面で両者の特長を記したい。なお、分離能を評価する上での目標は、ある時期の細胞に数千種のタンパク質が存在しているとして、これらすべてを分離できるか、という点であり、操作性の面での目標は、全自動装置ができるか、という点である。

2. タンパク質のポリアクリルアミドゲル二次元電気泳動法

2. 1 装置および方法

二次元ゲル電気泳動は、最終的には1枚の平板(薄層)ゲル(縦横各10-20cm, 厚さ0.5-2 mm)上に、タンパク質を分布させようという方法である。1回目の電気泳動ではタンパク質を電荷(等電点)の違いで分離し、2回目の電気泳動では1回目と直角方向に分子量の違いで分離する。タンパク質の電荷と分子量は互いに独立した性質であるから、タンパク質を平板ゲル上に一様に分布させることができるはずである。ただし、1回目の電気泳動と2回目の電気泳動では、用いるゲル密度も緩衝液系も異なるので、1枚の平板ゲル上で2回の電気泳動を行うという、クロマトグラフィーでいえば二次元薄層クロマトグラフィーのような方法は成功していない。そこで図2に示したように、1回目の電気泳動を細長いゲルで行い、それを2回目の電気泳動用の平板ゲルに密着させて電気泳動する。ここで1回目と2回目とが不連続であるために、電気泳動装置も一次元目と二次元目とが別々になっているものが一般的である。また、分離の支持体であるゲルは、電気泳動後、タンパク質検出のためにゲル保持枠(ガラス板など)から外し、染色液に浸すなどの操作をうける。すなわち、ゲルは1回使えるだけで、クロマトグラフィーの充てん剤のように繰り返し使用できるものではない。これらの点が二次元ゲル電気泳動装置の機器化を遅らせている原因である。タンパク質試

年代	(電気泳動の支持体の相)		
	固相 (ゲル)	液 相	気 相
1930		移動界面電気泳動法 (Tiselius)	
1940			
1950	寒天ゲル電気泳動法 でんぷんゲル電気泳動法	濾紙電気泳動法	
1960	ポリアクリルアミド ゲル電気泳動法	セルロースアセテート 膜電気泳動法	
1970	ポリアクリルアミド ゲル二次元電気泳動 法	キャピラリー電気泳 動法	
1980			質量分析法
1990			
特徴	主として、分離能向上 を目標とする。	主として、操作性向上 を目標とする。	最近、タンパク質を 対象とする。

図1 タンパク質の電気泳動法の発展

* 姫路工業大学 理学部 助教授、理博

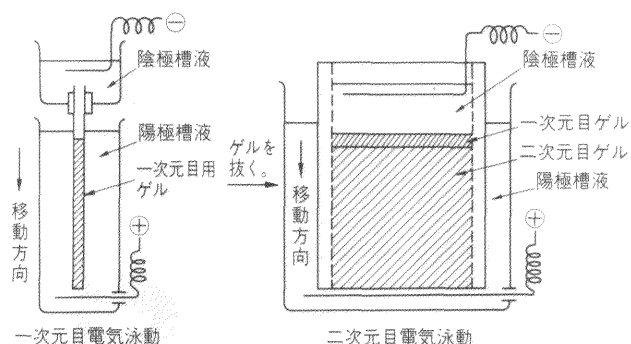


図2 二次元ゲル電気泳動の実験

1	保存溶液の調製
2	1回目泳動用円筒ゲルの調製
3	2回目泳動用平板ゲルの調製
4	円筒ゲルの電気泳動装置への装着
5	1回目泳動用電極液を満たす。
6	試料添加
7	1回目電気泳動
8	円筒ゲルをガラス管から抜く。
9	円筒ゲルを平板ゲル上に移す。
10	2回目泳動用電極液を満たす。
11	2回目電気泳動
12	平板ゲルを、ガラス板からはがす。
13	平板ゲルを、染色液に移す。
14	平板ゲルを、脱染色液に移す。
15	平板ゲルを、二次元デンストメータに移す。
16	定量操作

図3 二次元ゲル電気泳動の主な操作ステップ

料を二次元電気泳動し、構成タンパク質の分布状態と量を測定するまでには、試みに主要なものあげただけでも、図3に示すような多数のステップを必要とする。筆者らもその一部については自動化を行った^{1), 2)}が、依然として手操作の部分が多く、全自動装置にはまだ遠いのが現状である。

以下に示す二次元電気泳動の結果は、筆者らが東京都立大学理学部奥山典生教授のもとで開発したマイクロ二次元電気泳動装置及び方法によるものである。一般の二次元電気泳動装置及び方法と比較しての特徴は、(1) ミクロサイズ(40×40×1 mm)のゲルを採用したこと、(2) 同時に8～16枚のゲルを泳動できるようにしたこと、などの点である。あらかじめゲルを調製しておけば、試料添加からゲルの染色結果が

得られるまで約5時間である。大型ゲル(15cm×15cm程度)で2～3日を要していたのに比較すれば、時間は $\frac{1}{10}$ ないし $\frac{1}{15}$ に短縮されている。さらにゲル1枚当たりで計算すれば、所要時間は20分～40分であるという言い方もできる。電気泳動用のゲル組成、緩衝液組成の詳細は、文献³⁾を参照されたい。

2.2 結果

ヒト血漿タンパク質を二次元電気泳動し、色素(Coomassie Brilliant blue R-250)で染色して検出した結果を図4に示す。1回目の電気泳動はゲル等電点電気泳動で、密度4%のゲルを用い、2回目は密度こう配ゲル電気泳動法で、平板ゲルの上端でゲル密度4%、下端で17%にした直線密度こう配ゲルを用いた。同図の左端に近い位置に染色されたものほど等電点が高いタンパク質であり、同図の上端に近いほど分子量の大きいタンパク質である。Tiseliusの電気泳動法では血清タンパク質は4～5分画に分離されただけであったが、同図では約100個のタンパク質スポットが検出されている。添加した血漿試料の体積は2 μlという少量であり、タンパク質量にして約140 μgである。この色素染色法による検出感度は約10 ngであり、血漿100 ml中の含量が約1 mg程度のタンパク質まで検出されていた。同図でスポットの多くは不連続に染色されており、色素染色法の代わりに免疫科学的な染色法を用いると、これらのほとんどが互いに別のタンパク質であることが明らかになった。図5は、このような同定結果をまとめたものである^{3), 4)}。先の図3に示したような手操作の労力を費やしてでも、二次元電気泳動を実施することが多いのは、1個のスポットが一種のタンパク質に対応するほどの、高い分離能が得られるためである。ただし、血漿タンパク質では、アルブミンの含量が大きく、アルブミンスポットの中に他のタンパク質が含まれることもある。

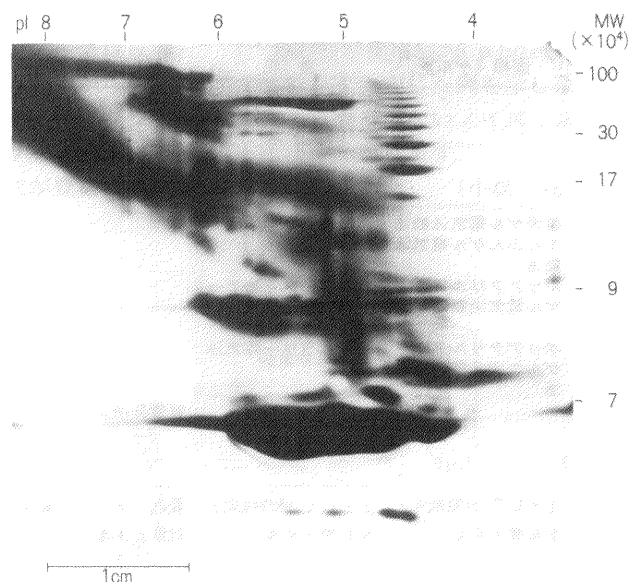


図4 ヒト血漿タンパク質のマイクロ二次元ゲル電気泳動等電点(pI)と分子量(MW)の目安の値を示した。

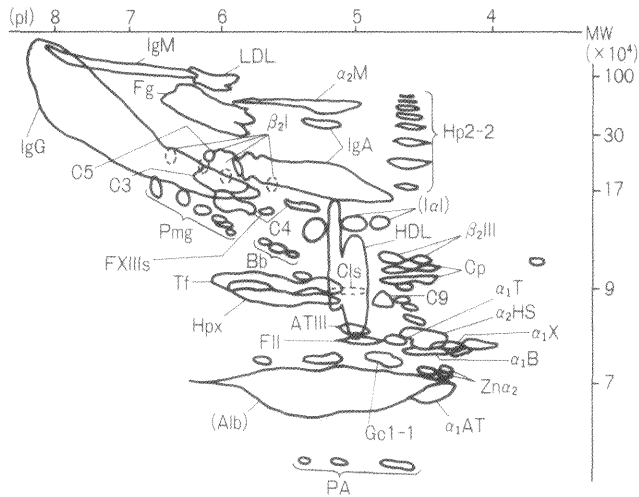


図5 ヒト血漿タンパク質の同定結果のまとめ^{3),4)}
タンパク質の略号については、文献を参照されたい。

実験動物であるマウスの骨髄系細胞のタンパク質を色素染色し、さらに銀染色した結果を図6に示す。色素染色法で約300個、銀染色法で約800個のスポットが検出されている。4×4 cmのミクロゲル上で、最小のスポットが横0.5 mm、縦0.2 mmであったから、もしタンパク質を一様に分離できれば、 $(40/0.5) \times (40/0.2)$ 、約16,000個のタンパク質を35 mmスライドの枠より小さい面積のゲル上に分布させることができるはずである。一種の動物細胞のある時期に発現しているタンパク質が何種類あるかはまだ明らかではないが、数千種類という計算がある。そうであれば、細胞中の全タンパク質の分離という目標に、二次元電気泳動法の分離能はほぼ達しているといえることができる。

3. タンパク質のキャピラリー電気泳動

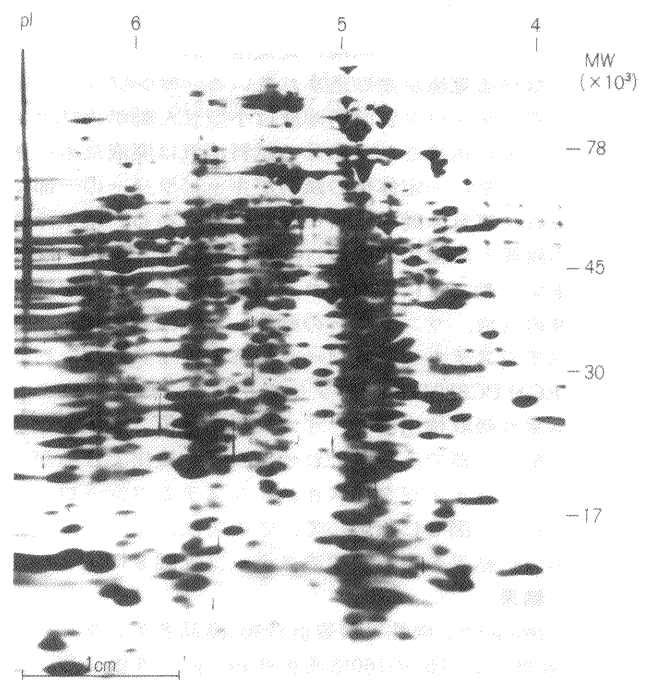


図6 マウス骨髄系細胞P3U1を二次元ゲル電気泳動後、銀染色した結果を示す。

3. 1 装置及び方法

キャピラリー電気泳動は、最近数社から新しく装置が市販されるなど、注目されている。しかし、キャピラリーの材質がシリカであるため、タンパク質がキャピラリー内壁へ吸着し、再現的に高い分離能を得ることが難しいなどの問題が明らかにされている。筆者らはテフロン系キャピラリーを用い、図7のような全自動電気泳動装置を製作し、

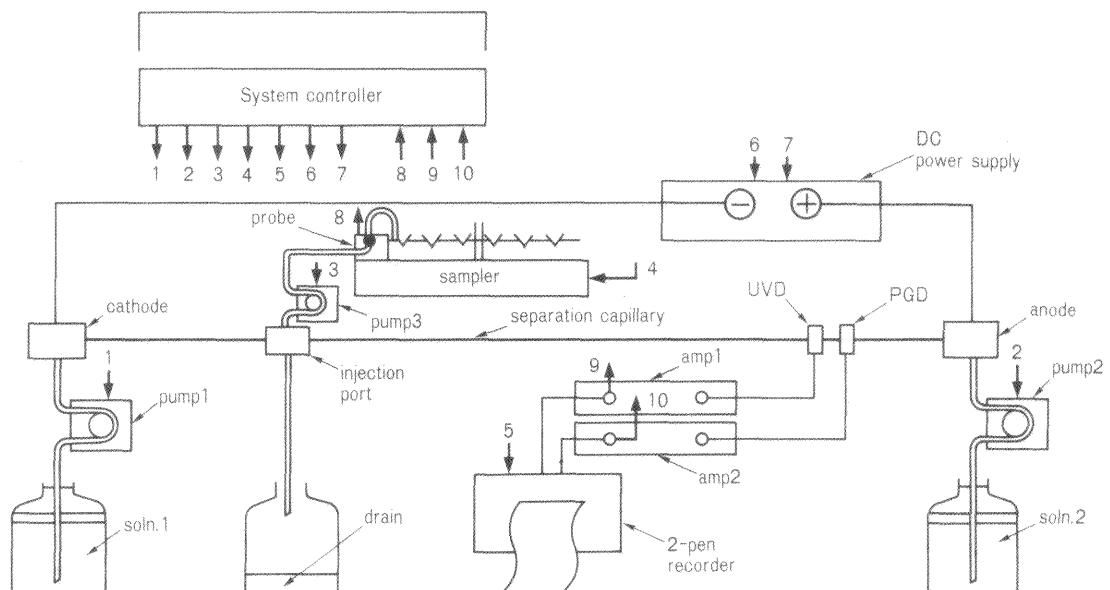


図7 全自動キャピラリー電気泳動装置の構成図⁵⁾

電極液はペリスタポンプで電極からキャピラリー中へ送られ、試料液はサンプラーからポンプで送液される。高圧直流電圧をかけると、試料のタンパク質は陽極側へ分離用キャピラリー中を移動し、途中で検出される。数字付きの矢印は、システムコントローラで制御されていることを示す。

タンパク質の分離に用いた⁵⁾。同図中央に分離のためのキャピラリーがあり、その両端に電極槽があって、直流高圧電源につながる電極が差し込まれている。サンプラーの試料容器から、タンパク質試料溶液は小型ぜん動ポンプでキャピラリー中に送液され、余分の試料溶液は廃液ためへ送られるので、常に一定体積の試料がキャピラリーの一部に残る。これが電気泳動用試料となるわけである。電気泳動のための陰極と陽極の緩衝液は、それぞれぜん動ポンプで1回の電気泳動ごとに送液され、交換される。試料溶液や電極槽液の送液、サンプラーの動作、電気泳動の開始、などはすべてシステムコントローラであるマイクロコンピュータ(NEC社PC8801)でプログラムされている。また、タンパク質は紫外吸収検出器で、イオン層の電位こう配変化は電位こう配検出器で、それぞれオンライン検出できるが、これらの信号はディジタル化され、システムコントローラに保存される。図3に対応して、この方法によって、タンパク質の分析結果を得るまでのステップを図8に示した。

3. 2 結果

ヒト血清4 μ lと、両性電解質混合物(商品名アンフォライン, pH範囲3.5-10)の160倍希釈液400 μ lとを混合し、これをサンプラーの試料カップに加えておき、自動分析を開始した。実際の通電時間は1試料当たり約16分であるが、緩衝液の交換、試料添加などの時間を加えると1試料につき26分で、40試料を約17時間で連続分析した。正常ヒト血清タンパク質の分析結果の一例を図9に示す。紫外吸収(UV)ピークと、電位こう配(PG)変化とが示されており、血清タンパク質は約20の紫外吸収ピーク(または肩)として分離されている。

図10に示したのは骨髄腫患者血清タンパク質の分析結果

1	保存溶液の調整
2	試料溶液を試料カップに加える。
3	連続電気泳動 (電極液の交換、試料添加、検出・記録は自動)

図8 キャピラリー電気泳動の操作ステップ

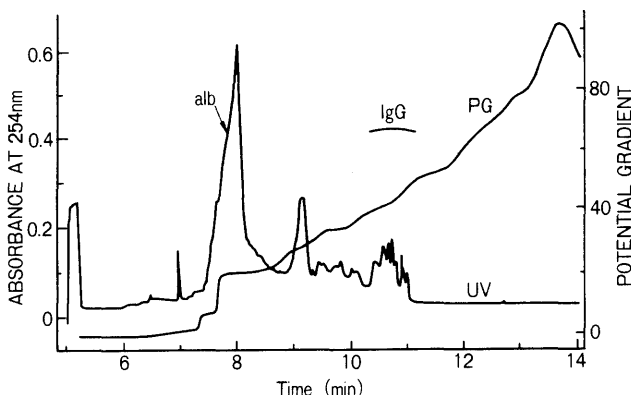


図9 ヒト血清タンパク質のキャピラリー電気泳動結果

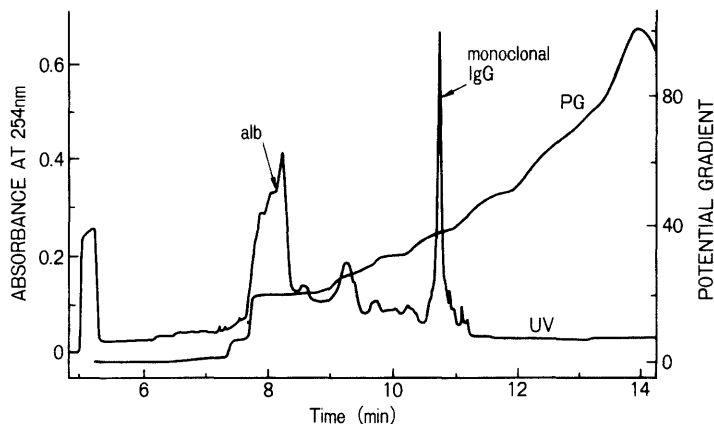


図10 骨髄腫患者血清のキャピラリー電気泳動結果

で、IgG領域に単クローンIgGによると見られる1本の鋭い紫外吸収ピークが検出されている。このように、キャピラリー電気泳動法は、多数の組成の類似したタンパク質試料の比較分析などの目的に適していると考えられる。また、実際に電気泳動に用いられた試料体積は5 μ lであるから、血清に換算すると50 nlとなり、試料添加装置をくふうすれば、さらに超微量分析も可能と考えられる。なお、同図の単クローンIgGのピーク幅から、本方法の分離能をクロマトグラフフィーと同様に表現すると、約30のピーク容量をもつということができる。なお、キャピラリー電気泳動法については、最近数社から全自動装置が市販されるようになり、操作性の面での目標である「全自動装置」は達成されているということが出来る。

4. おわりにータンパク質解析の目標と電気泳動法

さきに電気泳動法の目標を、(1)細胞中の全タンパク質の分離、(2)全自動化、の2点に設定した。個々の目標は達成されつつあるが、両方を同時に可能にする方法はまだ開発されていない。さらに、近年タンパク質解析の目標として、「細胞中の全タンパク質の全アミノ酸配列を決定する」ことが強く意識されるようになった。アミノ酸配列情報は、タンパク質の構造を知る、機能を推定する、DNA塩基配列と対応させ、細胞内での発現時期を知る、など多くの点から必須のものとなってきている。

この目標に対しては、二次元ゲル電気泳動を用い、染色されたスポット位置のゲルからタンパク質を抽出し、高感度なアミノ酸配列決定装置にかけることが行われるようになった⁶⁾。この方法は、ゲル上で濃く染色される主要なタンパク質の、N末端から20個程度のアミノ酸配列決定ができるなど、一定の成果を上げつつある。ただし、この方向をさらに追求して、ゲル上のすべてのタンパク質についてN末端の部分アミノ酸配列決定をするには、PTHアミノ酸の同定システム(高速液体クロマトグラフフィー)の感度をさらに2桁以上高くする必要があることが計算できる。また、ゲルから抽出したタンパク質の全アミノ酸配列を決定するには、タンパク質を配列決定できる程度の長さのポリペプチドに切断し、それを分取しなければならず、この方法についても大幅な高感度化が必要であろう。

細胞タンパク質をキャピラリー電気泳動のように溶液状

態で電気泳動しただけで、アミノ酸配列決定できるまで分離することは、分離能の点から現在のところ無理のようである。しかし、溶液状態での電気泳動法は、自動化が容易であるだけに、自動化の進んだ他の分離分析法、HPLCや質量分析法などと組み合わせることによって、分離能を向上させ、アミノ酸配列情報を得やすくできるはずである。実際、高速液体クロマトグラフィーと図7のキャピラリー電気泳動装置とを組み合わせ、全自動分析を行うことにより、組織タンパク質の分離能を向上させることも可能であった⁷⁾。また、ペプチドのアミノ酸配列をHPLC-質量分析装置(気相電気泳動装置と考えられる。)で決定する試みも行われている。

タンパク質の電気泳動法は、分離能が主として追求されている現在、ゲルを支持体とする電気泳動法が主流である。しかし、アミノ酸配列決定の重要性が大きくなるとともに、溶液状態での電気泳動法、さらには気相での電気泳動法が重要になってくると考えられる。ただし、電気泳動法だけを単独に用いたときに得られる情報量の限界は、すでに明らかになってきている。この点ではクロマトグラフィー、質量分析などの個々の分離分析法も同様である。これらの方法を組み合わせた複合的なタンパク質分離分析法を開発する必要があり、またその条件は整っていると考えている。

参考文献

- 1) T. Manabe and T. Okuyama, J. chromatogr., 264, 435~443 (1983).
- 2) T. Manabe and T. Okuyama, in "Electrophoresis '86", ed. by M. J. Dunn, p.631~634, VCH, Weinheim (1986).
- 3) 真鍋 敬: 「新生化学実験講座1, タンパク質 I」, P.329~387, (1990)
- 4) T. Manabe, Y. Takahashi, N. Higuchi, and T. Okuyama: Electrophoresis, 6, 462~467 (1985).
- 5) T. Manabe, H. Yamamoto, T. Okuyama, Electrophoresis, 10, 172~177 (1989).
- 6) M. Moos, N. Y. Nguyen, T. Y. Liu, J. Biol. Chem., 263, 6005~6008 (1988).
- 7) H. Yamamoto, T. Manabe, T. Okuyama, J. Chromatogr., 515, 659~666 (1990).

Topics

**XXVII Colloquium
Spectroscopium
Internationale, 及び
Pre-Symposiumである
高温炉原子吸光分析
国際会議開催さる**

本年6月6日から3日間ノルウェーのフィヨルドの奥にあるLofthusで高温炉原子吸光の国際会議が行われた。Sir. A. Walshを始めProf. B. L'vovなどこの分野の研究者約150人が参集し、夜を徹して論議を戦わした。ひと言で言うところ原子化はどのようにして行われるか、化学的モディファイヤー以外に物理的モディファイヤーも考えられるのではないかということであった。

CSIは41か国、539人の人々が6月9日から6日間Bergenに参集し、分光光学の各分野に別かれて発表した。この学

会で初めて学会の賞が設けられ、Ser. A. Walshが分光光学に対する貢献、特に原子吸光分析に対する貢献で第一回目の賞を受賞された。私が出席した分野では、ICP/MSが次の時代に入った。Polyatomic Ionの干渉のないもの、他の光源との組み合わせがこれの鍵になるであろうとの印象を強くした。

(保田和雄 記)

リン酸-フェニルヒドラジンを用いたHPLCによる血漿中糖の分析

Sugar Analysis in Blood Plasma Using Phosphoric Acid/Phenylhydrazine by HPLC

阿部 修三*

(平成3年3月27日受理)

1. はじめに

血漿中の糖分析は、糖負荷による動態把握¹⁾をはじめとしさまざまな疾患との関連で、迅速かつ高感度な分析法の確立が望まれている。

従来は酵素法で、個別の糖を一つずつ定量していたが、この方法は能率の悪い方法であった。またHPLC法では、大量に存在するグルコースだけの定量が可能で、他の微量の糖は濃縮、抽出操作をしてもはっきりとしたピークが出ず、分析が困難であった。

今回、血漿20 μ lを粘性を下げる目的のために、水で希釈するだけの操作で、グルコースと他の微量の糖との同時分析が可能になったので報告する。

2. 方法

2.1 装置

今回使用した装置の流路構成を図1に示す。機器はすべて日立製を使用した。

低圧グラジエント装置を用いてカラムで糖を分離し、反応液を別のポンプで送り込み、反応槽で蛍光物質にして、蛍光モニターで検出する方式のポストラベル法である。

2.2 分離カラムの選択

分離カラムは、以下の条件を満たすものから選んだ。

(1) 前処理を簡単にするために、タンパク質が入ってもよいカラムであること。

(2) 短時間分析の可能なカラムであること。

(3) サンプル中にグルコースが大量に入っているため、グルコースが他の糖成分と大きく離れていること。

これらの条件を満たしそうなカラムとしては、

- (1) ポーラスポリマー系 $-NH_2$
- (2) 糖分析用金属付加型GPC
- (3) ポーラスポリマー系アニオン交換

以上の3種のカラムが考えられ、それぞれテストしてみた。

上記(1)はマンノースとグルコースが接近しており、マンノースとグルコースを離れさせると、ラクトース、マルトースが広いピーク幅をもち、検出困難になった。

(2)はさまざまなカラムをテストしたが、いずれもグルコースが大量に入っているために、他のピークと重なった。

(3)の日立ゲル3013-Nだけが分析可能で、この充てん剤を使用し、分析時間の短縮などを試みた。この充てん剤を長さの異なる空カラムに充てんし、ホウ酸形アニオン交換法²⁾で分離した。溶離液組成を表1に、反応液組成を表2に示す。

2.3 日立ゲル3013-Nでの分離条件の検討

このカラムでの還元糖11成分の分離パターンを図2に示す。同図は従来 $\phi 4\text{ mm} \times L150\text{ mm}$ のカラムを使用し、分析時間も平衡化時間を含め100分かかっていたものを、カラム長を50mmと $\frac{1}{3}$ にし、分析時間を50分にしたものである。

この方法をもっと進め、分析時間を1サイクル35分にし

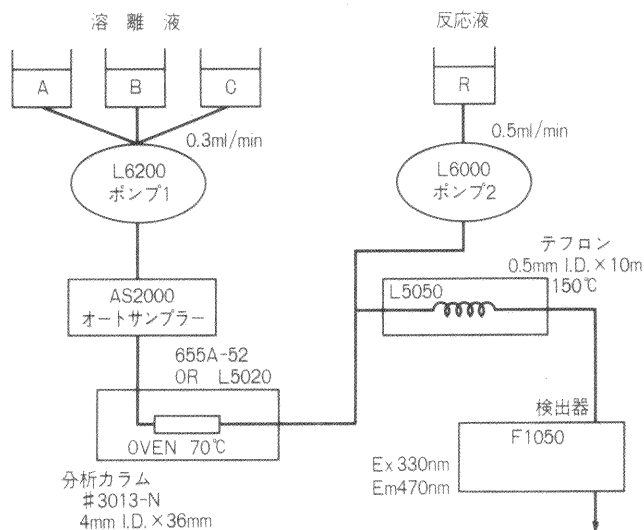


図1 流路系統図

表1 溶離液組成

項目	A	B	C
純水	—	—	1L
ホウ酸	6.2g	18.6g	—
1N水酸化ナトリウム	9.0ml	—	—
水酸化ナトリウム	—	6.0g	—
全量	1L	1L	1L

表2 反応液組成

項目		
りん酸	220ml	合計 406ml
酢酸	180ml	
フェニルヒドラジン	6ml	

* 株式会社 ユニオン商会 技術開発課長

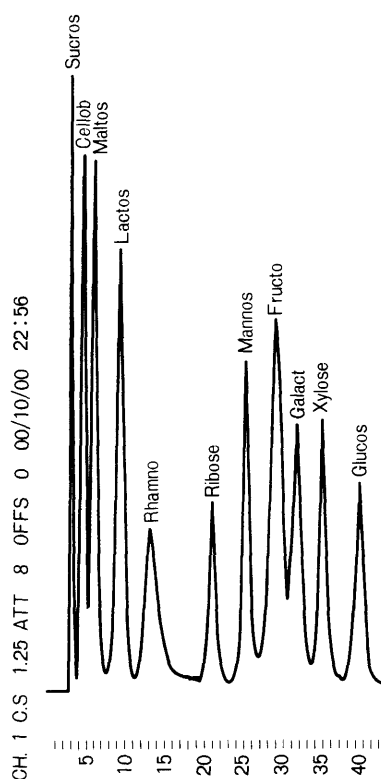


図2 還元糖11成分の分離

でも、同じ分離のチャートが得られる³⁾。

今回はこれらの成分の中で、セロビオース、ラムノース、リボース、キシロースは必要なく、なるべく短時間で分析できるよう、 $\phi 4 \text{ mm} \times \text{L}36 \text{ mm}$ の空カラム(ジーエルサイエンス株式会社製ミニカラム)に 150 kg/cm^2 の圧力でA液を使用し充てんした。

このミニカラムを用い、ガラクトースとグルコースの間をなるべく広くとり、他の糖も良好な分離をするような、グラジエント溶離条件から検討した。

2. 4 グラジエントの検討

グラジエントび初期条件の違いによる分離パターンを図3に示す。

マンノース、フラクトース、ガラクトースの分離は、初期条件に左右され、最良の初期条件は、 $A : B = 75 : 25$ であった。この分析グラジエントを図4に示す。

2. 5 カラム温度の検討

カラム温度による分離パターンの差を、図5に示す。

この中で特にフラクトースは、カラム温度が上昇するとピークがシャープになっていく。カラム温度を上げすぎること、タンパクの変成などで、カラム寿命が短くなることなどを考慮し、カラム温度は 70°C とした。

3 感度を上げるための検討

3. 1 反応コイルの長さ

反応コイルの長さとの関係を図6に示す。マンノース、フラクトースは、長さを変えても変化しないが、他

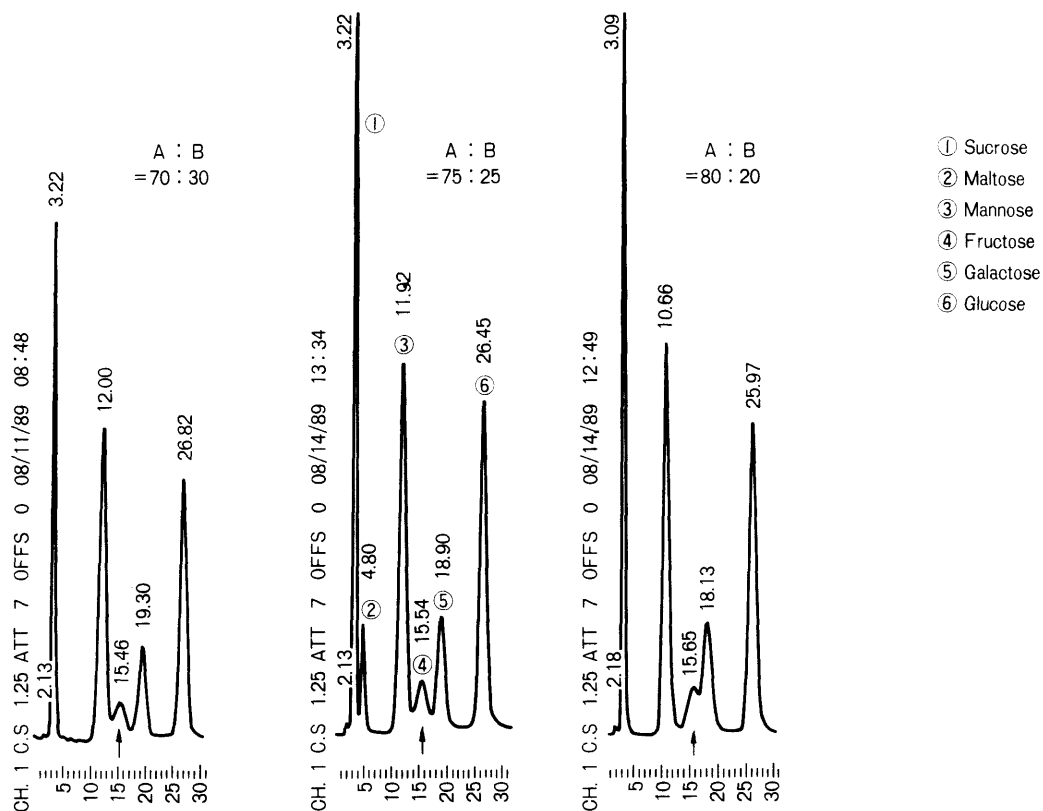


図3 グラジエント初期条件と分離パターン

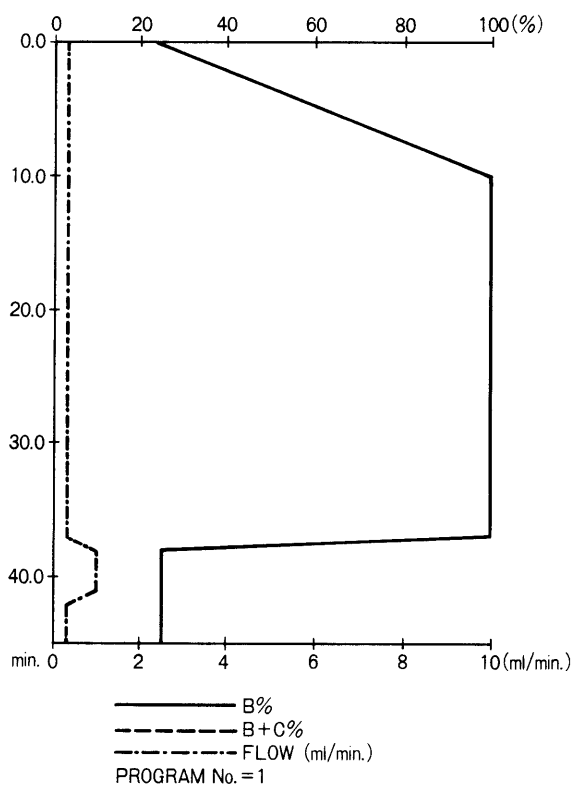


図4 分析グラジエント

PROGRAM NO. = 1
PRESSURE MAIN : MAX. MIN.
200 0

TIME (min)	GRADIENT FLOW (ml/min)			
	%A	%B	%C	MAIN
0.0	75	25	0	0.300
10.0	0	100	0	
37.0	0	100	0	0.300
38.0	75	25	0	1.000
41.0	75	25	0	1.000
42.0	75	25	0	0.300
45.0	75	25	0	0.300

の糖は長くすると感度が上っていく。

15mにするとコイル内での拡散が目立ち、ピークがブロードになるので、反応コイル長は10mが適切と思われる。また、コイル内径は $\phi 0.5\text{mm}$ を使用した $\phi 0.3\text{mm}$ 以下にすると、詰まりやすくポンプ圧力も上昇するので、 $\phi 0.5\text{mm} \times 10\text{m}$ とした。

3. 2 反応温度

反応槽の温度と感度との関係を図7に示す。

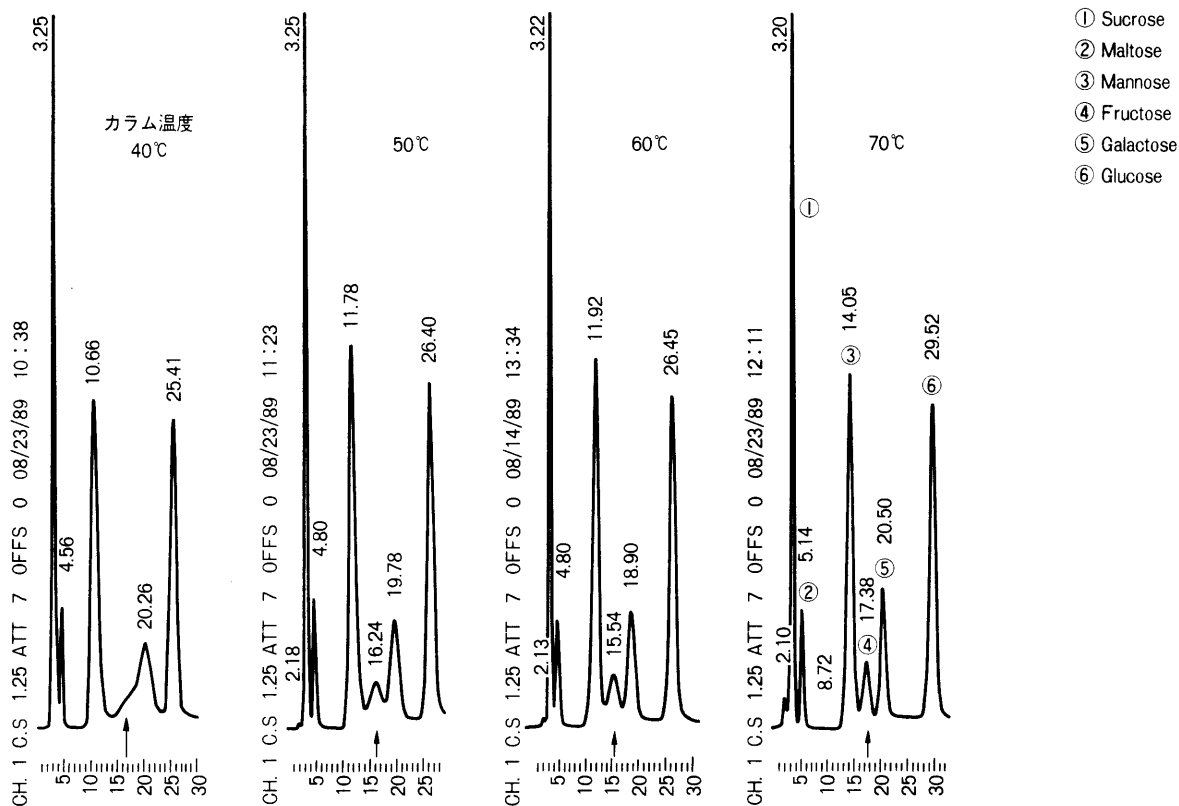


図5 カラム温度と分離パターン

反応温度を上げると感度も上昇するが、それに伴いベースラインノイズも増加していき、SN比から必ずしも感度が上昇するとは言えない。リン酸の粘性で、190℃ぐらいまで気泡は発生しないが、安全性なども考慮すると、150℃で十分な感度がえられるため、この反応温度にした。

3. 3 蛍光波長

励起波長を470nmに固定し、蛍光波長を310nmから350nmまで変化させたときの感度との関係を図8に示す。

グルコースの感度を下げ、他の糖はなるべく感度を高くしたいので、蛍光波長は330nmとした。

3. 4 他の要因

感度を上げるための他の要因として、溶離液と反応液の流量比とともに、反応液中のフェニルヒドラジンの量を検討したが、最適条件は図1と表2を参照されたい。

4. 検量線と検出限界

検量線を図9に示す。広い範囲で直線性をもっており、低い濃度は同図には示されていないが、いちばん感度の低いマンノースでの検出限界は、SN比=3で約10ngであった。

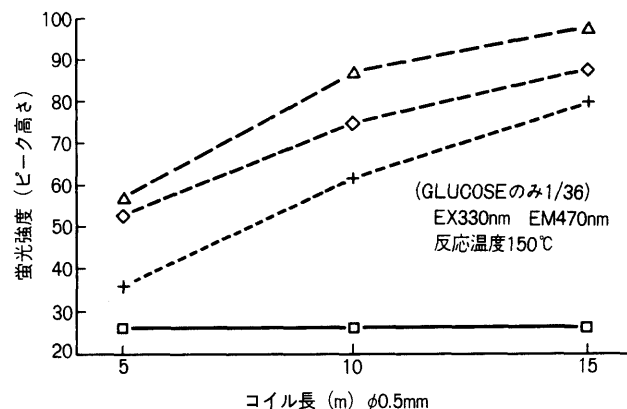


図6 反応コイル長と感度

5. 結果及び考察

スタンダード及び血漿サンプルの分析例を図10に示す。

このスタンダードの濃度は、実際の血漿サンプルに近づけて混合しており、このためグルコースのピークの前で、データ処理の感度を $\frac{1}{32}$ にして、グルコースのピークが振り切れないようにしている。

血漿サンプルはいずれも20 μ lで、粘性を下げて分離をよくするために水で3倍希釈し、60 μ l注入している。

6. おわりに

日立ゲル3013-を充てんしたミニカラムを使用し、リン酸-フェニルヒドラジンを反応液としたポストカラム蛍光法は、おのこの糖の感度差を極力なくした高感度分析法である⁴⁾。この方法はグラジエントを変更するだけで、糖タンパクの糖組成分析も短時間でできる⁵⁾。また、さまざまな糖化合物の直接分析も現在進行中で、今後の糖及び糖化合物の迅速・高感度な分析法として発展が期待される。

参考文献

- 1) 山田, 日高, 猪岡, 岩本, 葛谷: 日本消化吸収学会, 「消化と吸収」, 13, 2, p.88(1990)

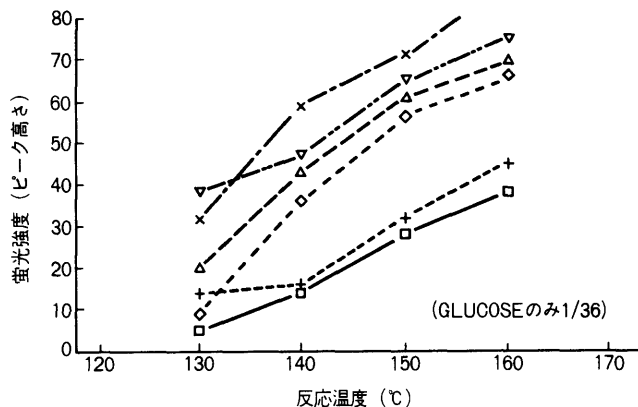


図7 反応温度と感度

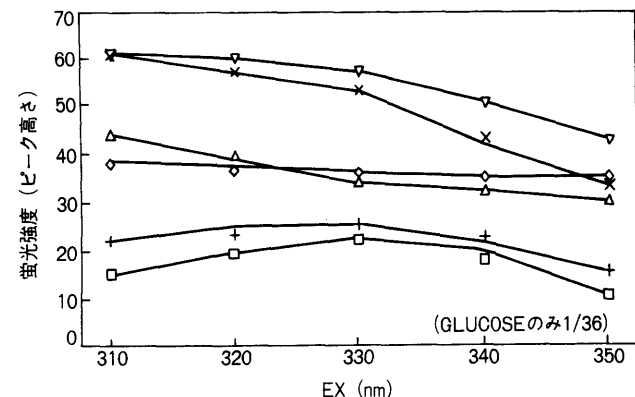


図8 蛍光波長と感度 EM470nm

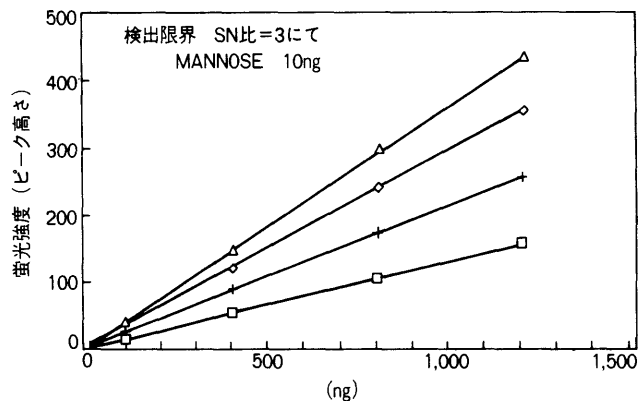


図9 検量線と検出限界

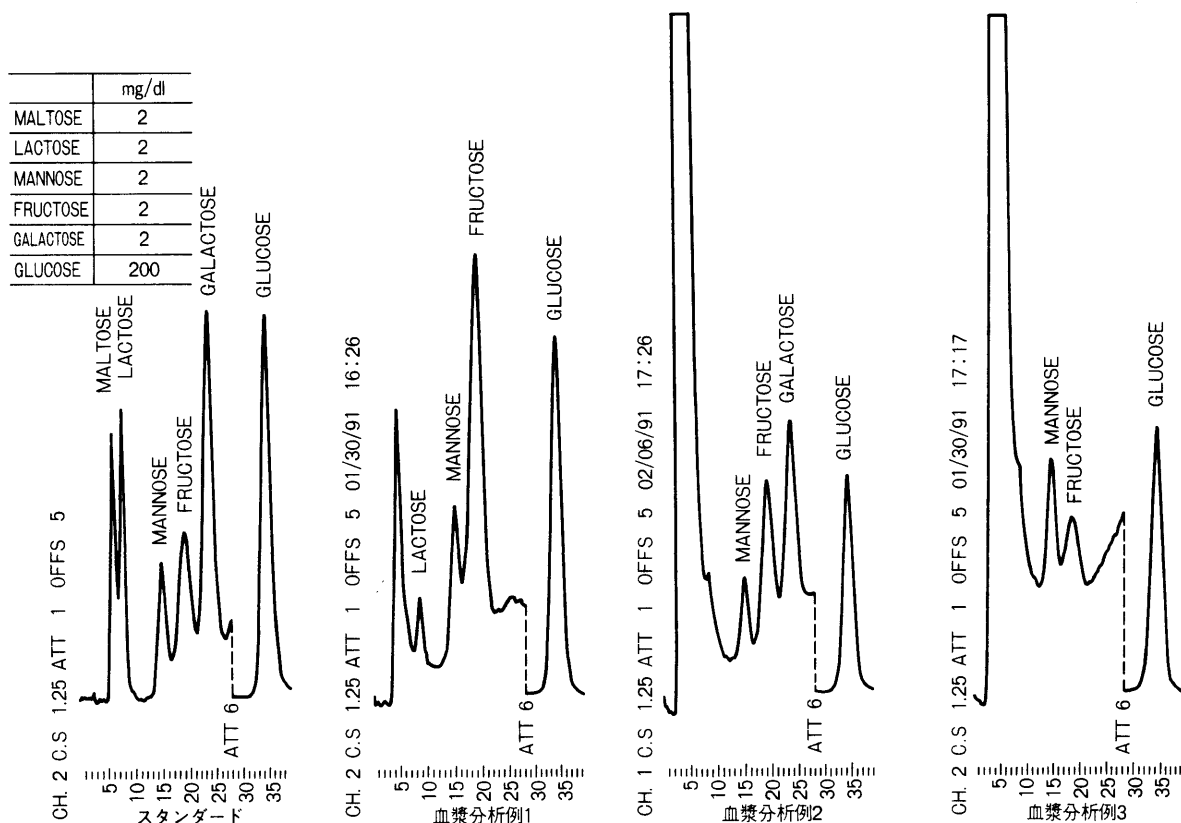


図10 スタンダード及び血漿分析例

- 2) 本田：タンパク質・ペプチドの高速液体クロマトグラフィー，化学同人，102，p.277(1984)
- 3) 浜野，鴈野，百目鬼，阿部：第33回液体クロマトグラフ研究会，講演要旨集，p.15(1990)
- 4) 浜野，鴈野，百目鬼，阿部：第7回液体クロマトグラフィー春季討論会，講演要旨集，p.25(1990)

- 5) 浜野，鴈野，百目鬼，阿部：クロマトグラフィー科学会，“CHROMATOGRAPHY” 11，4，p.96(1990)

Topics

第39回 ASMSカンファレンス 開催さる

カントリーウエスタンソングで知られた米国 Nashville 市の Opryland Hotel で、5月19～24日にわたって The 39th ASMS (The American Society for Mass Spectrometry) Conference on Mass Spectrometry and Allied Topics が開催された。Nashville 郊外の部屋数3,000を上回る巨大なホテルに参

加者約3,000人が泊り込み、連日8:00a.m.～9:00p.m.まで活発な発表や討論が行われた。

発表は1,000件を超え、五つの会場で並行して行われた。聴講者は、そのためプログラムを片手に興味ある講演の行われる会場へ巨大なホテル内を移動しなければならなかった。講演は問題解決のための質量分析の役割、バイオケミストリー、ペプチド、タンパク分析、エレクトロスプレー (ESI)、LC/MS、FAB/LD、ITD/FTMS、(地球)環境分析、ガス分析、表面分析などの多岐にわたるテーマで行われた。この中でESIを含むLC/MSの発表は110件を数え、この分野への関心の深さが際立っていた。ESIは去年の突然の出現での興奮は

消えたが、逆に地に足がついた報告が多くなった。ESIのイオン化機構、医薬品からタンパクに至る多くの分野への応用などが報告された。

日立はAPCI、ESI、APSなどのLC/MSに関し3件の報告を行い、米国の第一線の研究者と有意義な討論、交流ができた。また、M-1000形LC/MSの紹介を行った。

(加藤 義昭 記)

略語説明

ESI(Electro-Spray Ionization)
LC(Liquid Chromatography)
FAB(Fast Atom Bombardment)
LD(Laser Desorption)
ITD(Ion Trap Detector)
APS(Atmospheric Pressure Spray Ionization)

解 説

R-3000形日立超電導FT-NMR装置

HITACHI Model R-3000 FT-NMR Spectrometer

田村 充* 高比良 禎資* 笹淵 仁*
 七字 邦夫* 小室 仁* 菊地 賢一**
 (平成3年2月22受理)

1. はじめに

NMR(核磁気共鳴)は、原子番号または質量数が奇数の原子核が強磁場中で起こす電磁波の共鳴吸収を測定する非破壊の分析方法であり、有機化合物のもっとも、基本的な構造解析手段のひとつである¹⁾。近年、必要な情報を選択的に抽出・整理する測定手法が各種開発され、構造解析の効率が著しく向上し、その応用範囲がいっそう拡大している²⁾⁻⁵⁾。

NMR装置の静磁場発生部は、従来、永久磁石や常電導磁石が用いられてきたが、高感度・高分解能への要求から超電導磁石が必要不可欠であり、高速演算・自動化などの機能を備えた、使いやすい超電導核磁気共鳴装置が求められている。

2. 製品の概要

R-3000形核磁気共鳴装置は、日立電線株式会社との共同開発による7 T(テスラ)の高安定超電導磁石¹⁾ H共鳴周波数300MHz、必要天井高さ2.8m^{6),7)}を用いたFT-NMR(フーリエ変換核磁気共鳴装置)である。外観を図1に、装置構成を図2に、主な仕様を表1にそれぞれ示す。

R-3000形は、特にルーチン測定に要求されるNMR装置としての機能と使い勝手の両立を図っている。特徴を以下にまとめて述べる。

(1) 液体ヘリウム保持1年

表1 R-3000形FT-NMRの主な仕様

項 目	仕 様
磁 場 強 度	7.04T(テスラ)
測 定 核 種	¹ H 300MHz ¹³ C 75MHz 多核 21~122MHz(オプション)
分 解 能	¹ H ≤ 0.2Hz ¹³ C ≤ 0.1Hz
演 算 プ ロ セ ス	一次元1k点 = 100ms以下 二次元1M点 = 200 s以下
デ ィ ス プ レ イ チャート出力	15インチ、16色 4色カラープロッタ

* ㈱日立製作所 那珂工場

** 日立電線株式会社 金属研究所

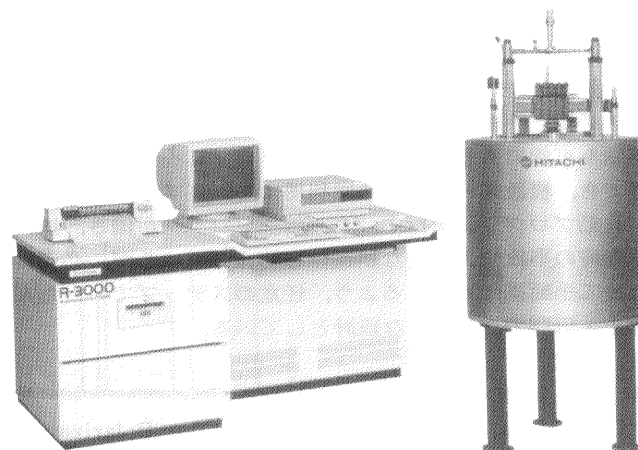


図1 R-3000形 日立超電導FT-NMR装置

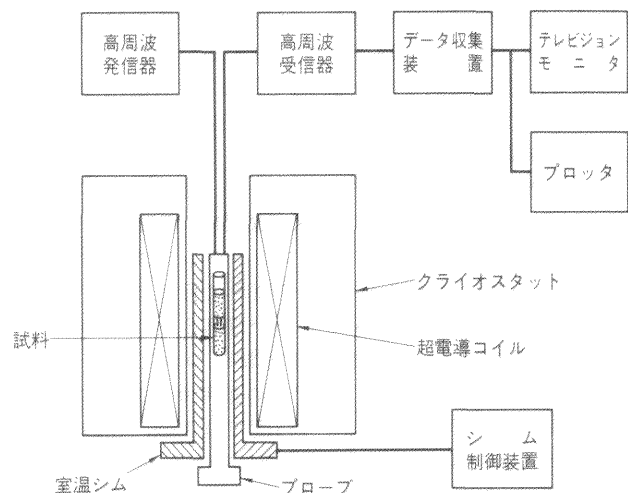


図2 NMR装置の構成⁶⁾
 磁場の付加均一性を上げるために、試料を回転させながら測定する。

独自の高断熱設計により、超電導磁石に必要な液体ヘリウムは、一度補給すると1年間保持され、超電導磁場を維持する。補給期間が長いことは、寒剤の運搬費などの補給コストを低減するばかりでなく、測定の中断やトランスファチューブ露結などの補給に伴う諸問題の発生を著しく抑圧する。また、寒剤を入れたまま運搬できる振動対策を行っており、据付け時の真空排気(通常3~4日)が不要となった。磁石の構成を図3に示す。

(2) 高速演算機標準搭載

FT-NMRに必要な多量の演算を高速処理するため、演算専用のコンピュータである高速演算機を標準搭載した。演算の高速化は、特に大量のデータ処理を要する二次元NMRでスループットを向上する。さらに、画面表示と同時にプロット出力データを高速演算機上で作成する新規アルゴリズムにより、画面上で確認した二次元スペクトルを即座に出力する。

(3) 完全自動化メニュー

自動化メニューは、資料導入からチャート出力に至るまでのすべての入力操作を、プログラムによって反復再現する機能の集まりである。多様なNMR測定で、使いやすさを追求するとともに、オペレータの負担軽減を図った。代表的な測定法は、プログラム番号の選択だけで自動的に行える。個別プログラムの登録(256個まで)は、キーボード、マウスを測定手順にしたがって操作して行う。登録後の編集、連結も可能である。プログラムはフロッピーディスクで保存でき、複数ユーザーの共同利用にも対応する。

自動プログラム実行中はキーボードロックが働き、無人運転時の事故や人為的な誤操作を防止しているが、必要に応じて手動操作も行えるよう、任意のステップでいったん停止・再開できる柔軟な設計としている。

3. 測定

3. 1 自動DEPT

DEPT (Distortionless Enhancement by Polarization Transfer) 法は、有機化合物の基本骨格を構成する炭素原子の多重度を決定するスペクトルエディティングの手法である^{8)~10)}。図4のパルス系列中、 ^1H 第3パルスの強度を変化すると、結合した水素原子の個数に応じた周期で、炭素原子の信号が位相変調を受ける。DEPT法では典型的な位相値だけについて測定を行い、一次元化学シフトスケール上で1~3級炭素原子の信号を区別する。

R-3000形は、自動プログラムによる一連のDEPT測定とチャート出力の自動化を実現した。高精度のDEPT測定に必要なパルス幅校正も、マイクロプログラム方式のパルスプログラム(出荷時登録済み)により簡単に行える。

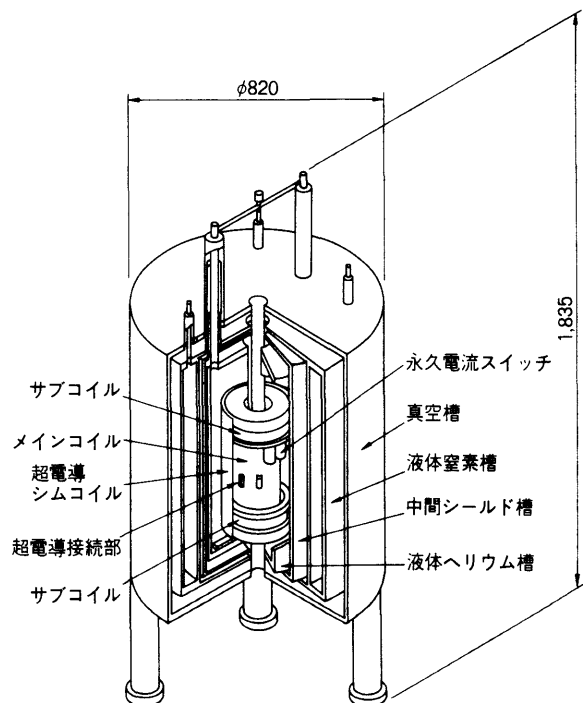
キニーネの測定図を図5に示す。 ^1H 第3パルスのフリップ角45度、90度および135度の3種類について測定を行うと、45度ではすべての1~3級 ^{13}C の信号が上向きに、90度では3級 ^{13}C だけが上向きに、135度では1級、3級が上向き、2級 ^{13}C が下向きに現れる。R-3000形は、各測定スペクトルの線形結合により1~3級 ^{13}C の信号分離を行う機能も装備している。

3. 2 二次元NMR^{11)~14)}

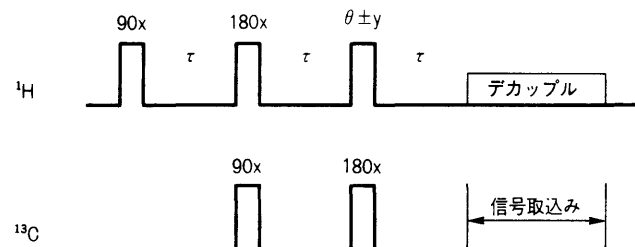
二次元NMRは、二つの周波数軸によってスペクトルを表示するNMRの手法である。信号の検出期間とそれに先立つ展開期間の二つの時間領域から成るパルス系列を用いて測定を行い、二次元フーリエ変換によりスペクトルを得る。

2本の周波数軸を使用し、スピンスピン結合などの相互作用を分離したスペクトルや、同核種および異核種化学シフト相関などの情報を得ることができる。

R-3000形は、コンパイルが不要なマイクロプログラム方式のパルスプログラム(出荷時30種類を登録済み)を採用し、

図3 超電導マグネットの構成⁷⁾

超電導マグネットは、超電導コイルと、コイルを液体ヘリウム温度に保つ四つの槽で構成している。

図4 DEPTのパルス系列($\theta=45^\circ, 90^\circ, 135^\circ$)

^1H 第3パルス幅を可変し、 ^{13}C の信号を取り込む。

高速マルチパルス、デジタルシンセサイザ、1度ステップのデジタル移送器によって各種二次元NMRに対応している。

代表的な二次元NMRの例を以下に述べる。

(1) COSY

COSY (Corelated Spectroscopy) はスピンスピン結合の存在するシグナルの相関を調べる二次元NMRである。CW(連続波) NMRの測定手法として行われてきた同核種デカップリングで得られる水素原子のスピンスピン結合の情報は、COSYの二次元スペクトル全観測範囲の交差ピーク(対角線を外れたピーク)として同時に明確に分離できる。

キニーネの測定例を図6に示す。COSYスペクトルから、キニーネ試料の ^1H スピン系の結合は、主に1.4~3.6ppm、4.8~6.0ppmおよび7.2~8.8ppmの三つの範囲に大別でき、一次元スペクトル間のスピンスピン結合のつながりをみて取ることができる。

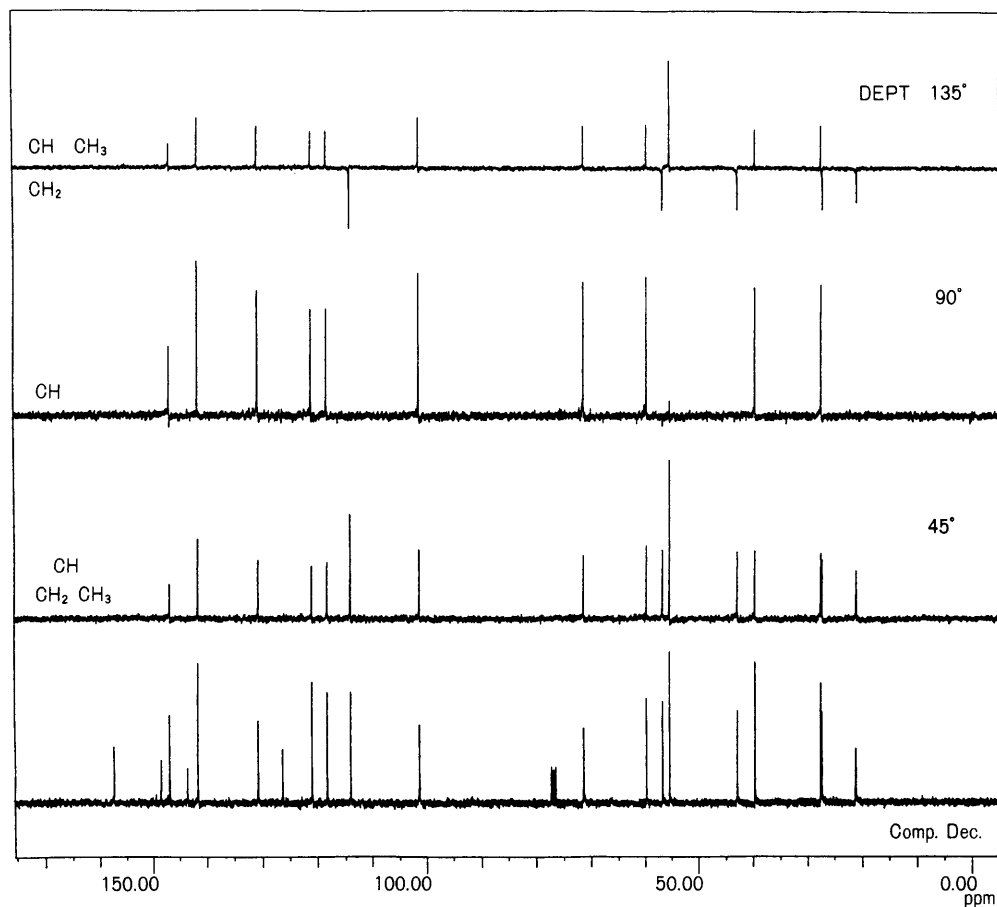


図5 キニーネのDEPTスペクトル
上3段がDEPTのスペクトル，最下段は ^1H 完全デカップリング ^{13}C スペクトルである。

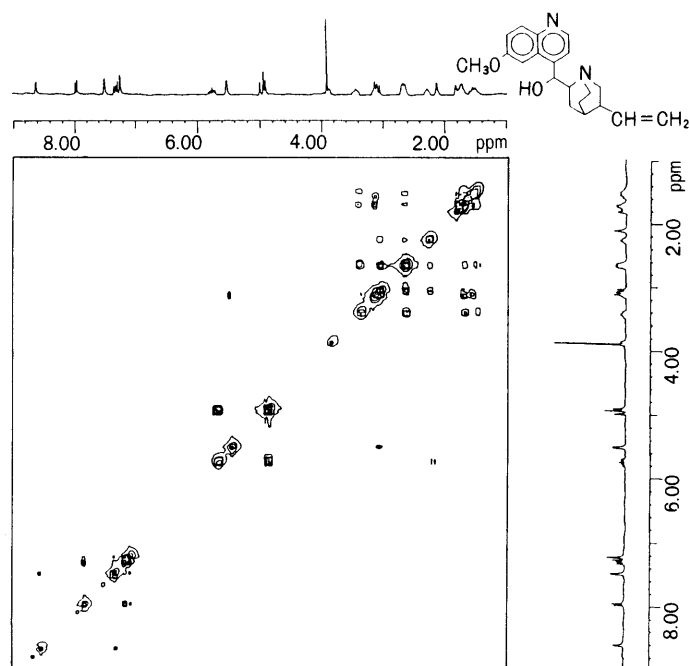


図6 キニーネのCOSY
スピンスピン結合の存在する ^1H 間にピークが生じる。
対角線上のピークは通常一次元スペクトルと一致する。

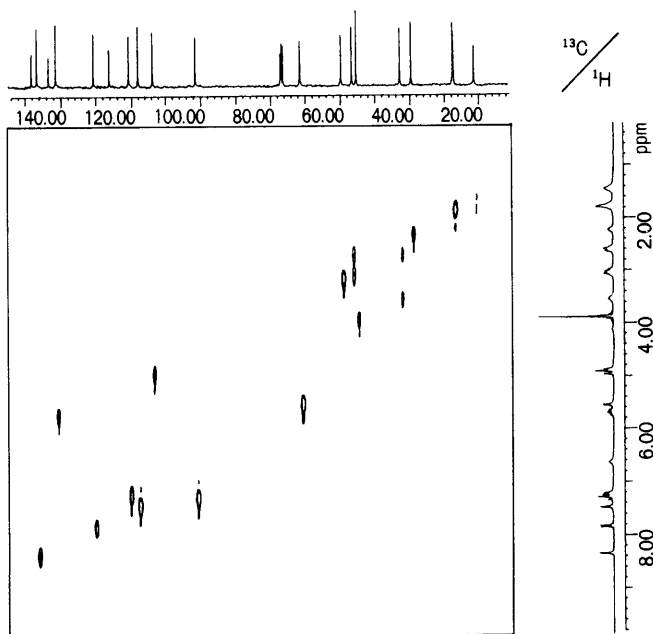


図7 キニーネのCH-COSY

^1H の化学シフトで周波数変調をかけた ^{13}C スペクトル。
各CH結合に由来する二次元スペクトルが得られる。

(2) CH-COSY

CH-COSYは、炭素と水素の化学シフト相関を得る二次元NMRである。2本の周波数軸はそれぞれ炭素、水素の化学シフトであり、各周波数軸への投影は単一核種の一次元スペクトルである。直接結合した炭素・水素だけピークが現れ、スペクトルの帰属に必要な情報を2核種で相互に補完できる。

キニーネの測定図を図7に示す。 ^{13}C 化学シフト軸上約43 ppm及び約57 ppmのスペクトルが2本ずつ存在するが、これはキニーネ試料に含まれる同一炭素原子上の非等価なプロトン対によるものである。

CH-COSY波、DEPT法で多重度を決定した炭素原子の情報と、COSYでスピンスピン結合を解明した水素原子のスペクトルのそれぞれを、化学シフトによって結び付けることが可能な方法であり、これら3種のNMR測定法を利用すれば、有機化合物の構造を機械的に決めることができる。

4. おわりに

以上のように、R-3000形は多面的な構造解析上の情報を手軽に得られる分析用NMR装置である。

今後、NMRの応用範囲は化学・薬学・生物学ばかりでなく、新機能性材料開発やバイオテクノロジーの進歩とともにますます発展すると考えられる。R-3000形の基本性能を元に、いっそうの高性能化を推進していく予定である。

参考文献

- 1) R. R. Ernst, G. Bodenhausen, A. Wokaun: "Principles of Nuclear Magnetic Resonance in One and Two Dimensions", Oxford(1987)
- 2) 斎藤 肇, 森島 績: 高分解能NMR 基礎と新しい展開 (現代化学・増刊11), 東京化学同人(1987)

- 3) 宮澤辰雄, 荒田準治: NMR, 総説と実験ガイド I・II, 化学の領域・増刊141, 南江堂(1983)
- 4) 日本化学会編: 新しい磁気共鳴と化学への応用, 化学総説, No. 49, 学会出版センター(1986)
- 5) 楠見武徳, 岩下孝, 直木秀夫: チャートで見る超電動FT-NMR, 中西公爾編 講談社サイエンティフィク(1986)
- 6) 岡 皓一, 菊地賢一, 笹淵 仁, 黒田邦茂, 尾形久直 日立評論71, 7, 59~63(1989)
- 7) 古東 博, 岡 皓一, 菊地賢一, 黒田邦茂, 根本武夫: 日立電線, No. 9, 57~62(1990)
- 8) O. W. Sorensen, R. R. Ernst: J. Magn. Reson., **51**, 477~489(1982)
- 9) M. R. Bendall, D. T. Pegg: J. Magn. Reson., **53**, 272~296(1982)
- 10) N. C. Nielsen, J. C. Madsen, H. Bildsoe, H. J. Jacobsen, O. W. Sorensen: J. Magn. Reson., **81**, 500~511(1989)
- 11) H. Kessler, M. Gehrke, C. Griesinger, "Two-Dimensional NMR Spectroscopy: Background and Overview of the Experiments", Angew. Chem. Int. Ed. Engl. **27**, 490~536(1988)
- 12) A. Bax, "Two-Dimensional Nuclear Magnetic Resonance in Liquids", Delft Univ. Press, D. Reidel Publishing Company(1984)
- 13) W. R. Croasmun, R. M. K. Carlson, "Two-Dimensional NMR Spectroscopy, Applications for Chemists and Biochemists", VCH(1987)
- 14) G. E. Martin, A. S. Zekzer: "Two-Dimensional NMR Methods for Establishing Molecular Connectivity, A Chemist's Guide to Experiment Selection, Performance, and Interpretation", VCH(1988)

日立医用液体クロマトグラフ

HITACHI Liquid Chromatograph For Clinical Use

三浦 順吉* 伊藤 正人* 藤井 芳雄*

佐竹 尋志* 梅里 文則**

(平成 3 年 6 月 24 日受理)

1. はじめに

高速液体クロマトグラフ (High Performance Liquid Chromatograph) の基本構成は図 1 に示すようになるが、このうち、溶離液、分離カラム、検出器は目的に合わせて適当なものが選択される。このような HPLC システムは、組み合わせが容易で分析対象が限定されないなどの利点もあるが、臨床検査への応用にあたっては以下の点を解決しなければならない。信頼性の高いデータを取るためには、熟練した技術が必要である。必要以上の機能があるため取り扱いが難しい。設置面積も比較的広い。しかし、臨床検査でも HPLC による分析が有効な項目は少なくなく、前処理まで含めた専用機の開発が強く望まれている。

日立医用液体クロマトグラフは、臨床検査向けの専用機として、信頼性と操作性に特に重点をおいて開発したものである。以下に、本装置の概略と分析について紹介する。

2. 装置の概要

今回開発した分析計はグリコヘモグロビン分析計 (L-9100 形) とカテコールアミン分析計 (L-9200 形) の 2 機種である。外観を図 2 示す。両機種とも外観は同様に、床占有面積は 0.3m² とコンパクトな設計になっている。この中に図 1 に

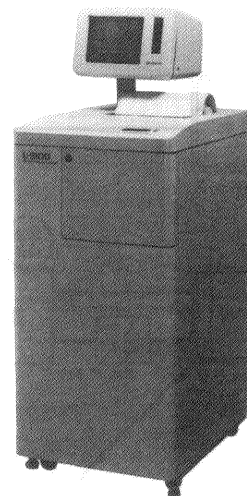


図 2 日立医用液体クロマトグラフの外観

示した HPLC の基本構成と廃液タンクが内蔵されている。また、大形の CRT を装備しており、電源を投入すると図 3 に示す流れのように種々の画面が表示される。画面は日本語表示であり、各運転画面には支援画面があるため、初めての人でも簡単に操作できるようになっている。この支援画面の例を図 4 に示す。装置の動作フローは待機、準備運転、分析から成っている。図 5 にキー操作の一例を示すように、通常の分析では「準備運転」と「スタート」の二つのキーを押すだけでよい。このように、高度に自動化された分析計ではデータの信頼性が特に要求される。このため、本装置では装置の運転状態を監視するとともに、溶離液や分離カラムなどを含めて状況を確認して信頼性を確保している。

3. L-9100 形グリコヘモグロビン分析計

グリコヘモグロビンは、赤血球内で、酸素を運搬するタンパク質であるヘモグロビンに、血液中のブドウ糖が結合した物質である。このグリケーションは生体内のすべてのタンパク質に生じているもので、その程度は血糖濃度に影響される。グリコヘモグロビンには、A_{1a}、A_{1b}、A_{1c} など数種類のものが存在し、これらの濃度は、赤血球の寿命を考慮して過去 6～8 週前の血糖レベルを反映するものと考えられている¹⁾。このうち、A_{1c} が量的に多いため糖尿病診断の指標となっている。従来、糖尿病の診断には空腹時血糖が用いられてきたが、この方法は被検者の直前の糖分の摂取状態に影響されるため、現在は空腹時血糖と A_{1c} の両方を組み合わせて診断することになっている²⁾。ところで、A_{1c} には安定形 (stable-A_{1c}:s-A_{1c}) と不安定形 (labile-A_{1c}:l-

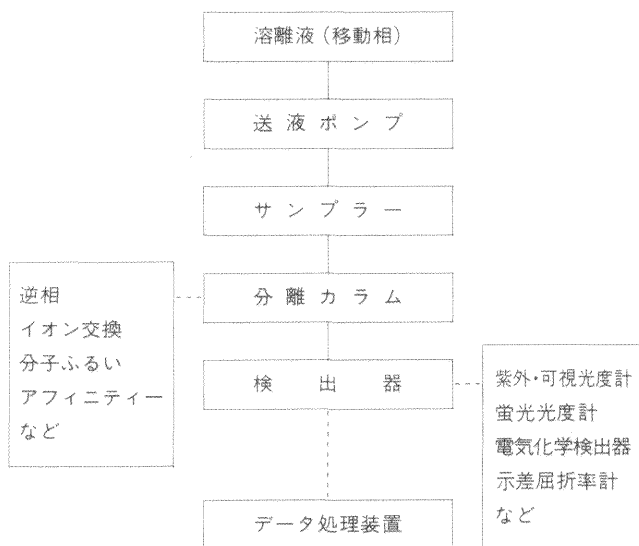


図 1 HPLC の基本構成

* 株式会社 日立製作所 那珂工場

** 日立計測エンジニアリング株式会社

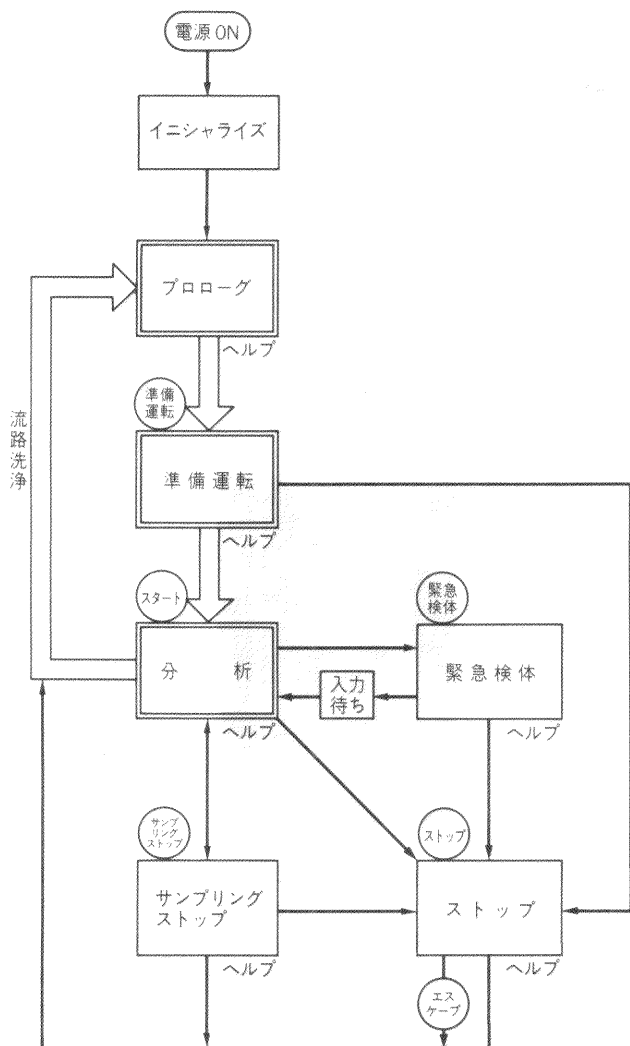


図3 操作の流れ

(分析画面表示状態で) ヘルプ

- ヘルプ 89/10/12 14:07
>分析 分析中
- 分析画面では次のキーを受け付けます。
1. ストップ: すべての機構系を停止します。
ただし、分析中のサンプルのデータは得られません。
 2. サンプリング: サンプリングを停止します。
ストップ 分析中のサンプルのデータ取得後、終了します。分析中の場合は、スタートキーにより再びサンプリングを始められます。
 3. 緊急検体: サンプリングをいったん停止し、ラックのSTATの位置に置いたサンプルを次のサンプリングのタイミングで分析します。

図4 支援画面の一例

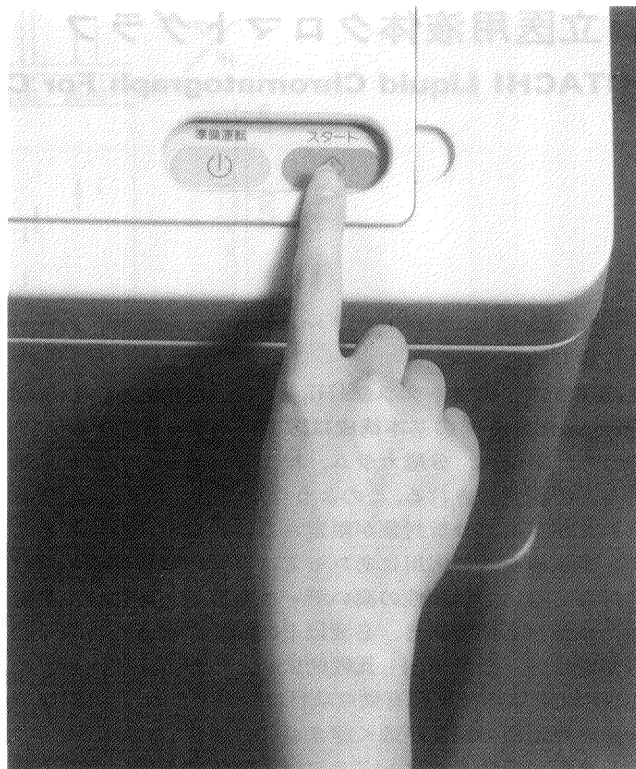


図5 キー操作の例

A1c)の二つが存在し、I-A1cはその挙動が空腹時血糖と比較的類似しているため、s-A1cだけを測定しようとする動きもある³⁾。

L-9100形グリコヘモグロビン分析計の流路を図6に示す。分離カラムとして陽イオン交換カラムを用い、溶離液に濃度の異なる緩衝液を使用する3液のステップワイズグラジエント溶出法を採用した。全血の一定量を試料容器に入れて分析計内に設置すると、全血の希釈・溶血からクロマトデータの打出しまで自動的に行われる。本分析計では、検体の処理速度を主眼においた高速法(3.3分/サイクル)とI-A1cとs-A1cの分離を行う高分離法(7分/サイクル)の2つの分離モードが搭載されており、この切換は分離カラムの交換だけで使い分けが可能である。L-9100形の分析条件を表1に、実検体のクロマトグラムを図7に示す。

4. L-9200形カテコールアミン分析計

カテコールアミンはエピネフリン(Epinephrine:E)、ノルエピネフリン(Norepinephrine:NE)、ドーパミン(Dopamine:DA)などカテコール骨格を持つアミンの総称で、主に脳、交感神経、副腎髄質などに分布している⁴⁾。カテコールアミンの生理作用は強力かつ多彩であり、神経腫瘍、高血圧、精神病、心疾患などの病態を判定する上で重要である⁴⁾。

カテコールアミンは血漿中に10~200pg/ml程度の微量しか存在せず、化学的に非常に不安定であることから、前処理操作がカテコールアミン分析の成否の一つを決していた。そのため、専用分析計としては簡単な前処理操作で分析できるとともに、選択性と感度が共に高いものが不可欠である。

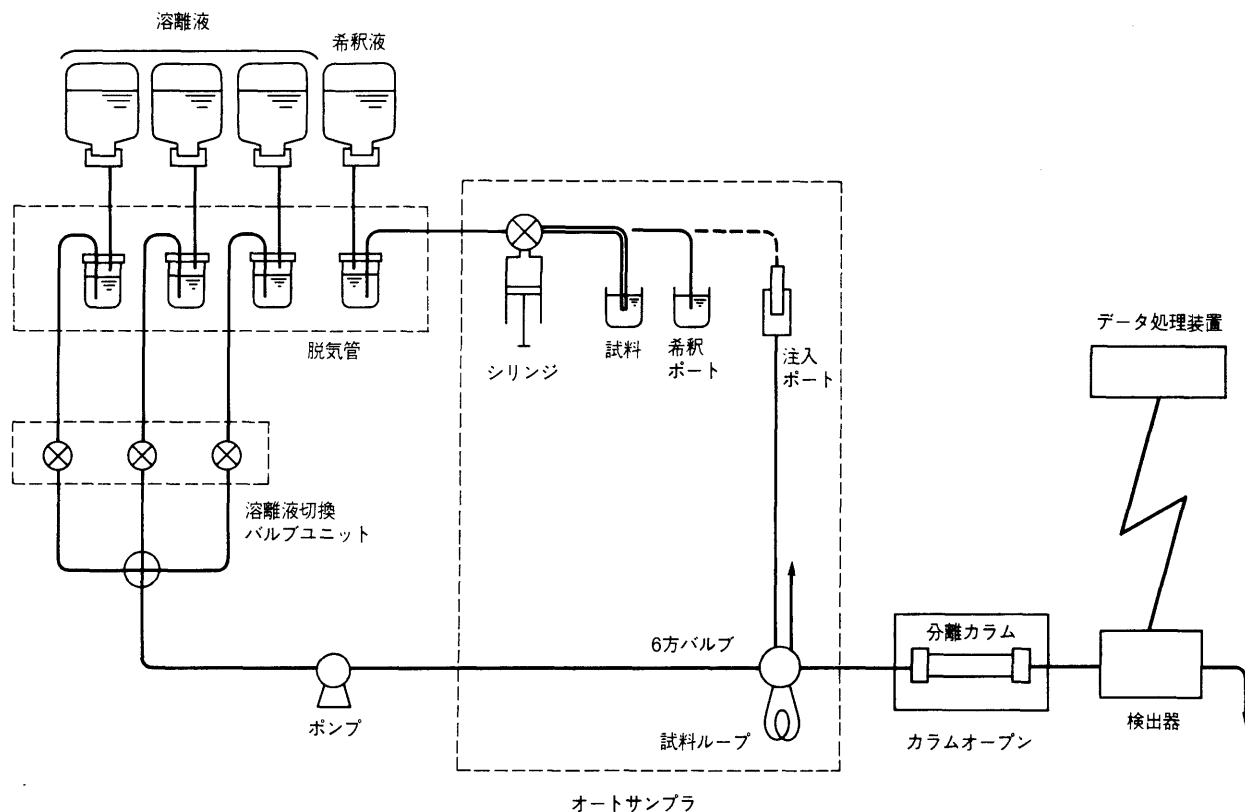


図6 グリコヘモグロビン分析計流路図

表1 グリコヘモグロビンの分析条件

カラム	高速法：4.6mmID×35mm CCMpack Hb-S 高分離法：4.6mmID×80mm CCMpack Hb-L
カラム温度	40℃（アルミブロック方式）
ポンプ流量	高速法：1.4ml/min 高分離法：1.0ml/min
検出	フィルタ方式可視吸光検出器 415nm
標準試料	Bio Rad製 Glycated Hemoglobin Control試薬
測定対象	全血

L-9200形カテコールアミン分析計はジフェニルエチレンジアミンを用いるプレカラム誘導体化法⁵⁾の採用により、高感度・高速処理分析を実現している。流路の概略を図8に、分析条件を表2に示した。検体である血漿を除タンパク処理して、その一定量を分析計に設置すると誘導体化、精製、分離・検出が自動的に実行される。この誘導体化、精製、分離、検出の各工程を並行的に処理を行うことで処理能力の向上を図っている。標準サンプルの分析例を図9に、健常者血漿の分析例を図10に示す。なお、図10の例では除タンパク処理として、血漿1mlにホウ酸緩衝液から成る調整液を1ml加え、分画分子量1万の限外透過をしたものである。分析サイクルは1検体当たり15分、最も感度の

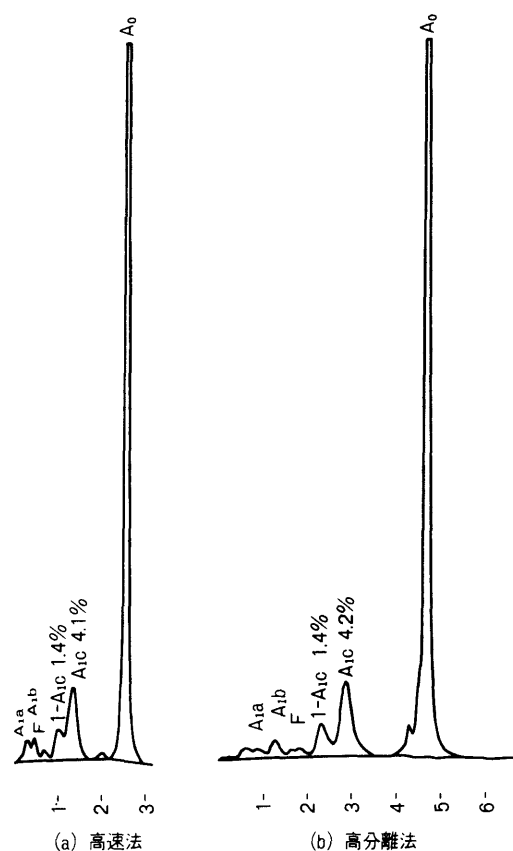


図7 L-9100形グリコヘモグロビン分析計の分離パターン

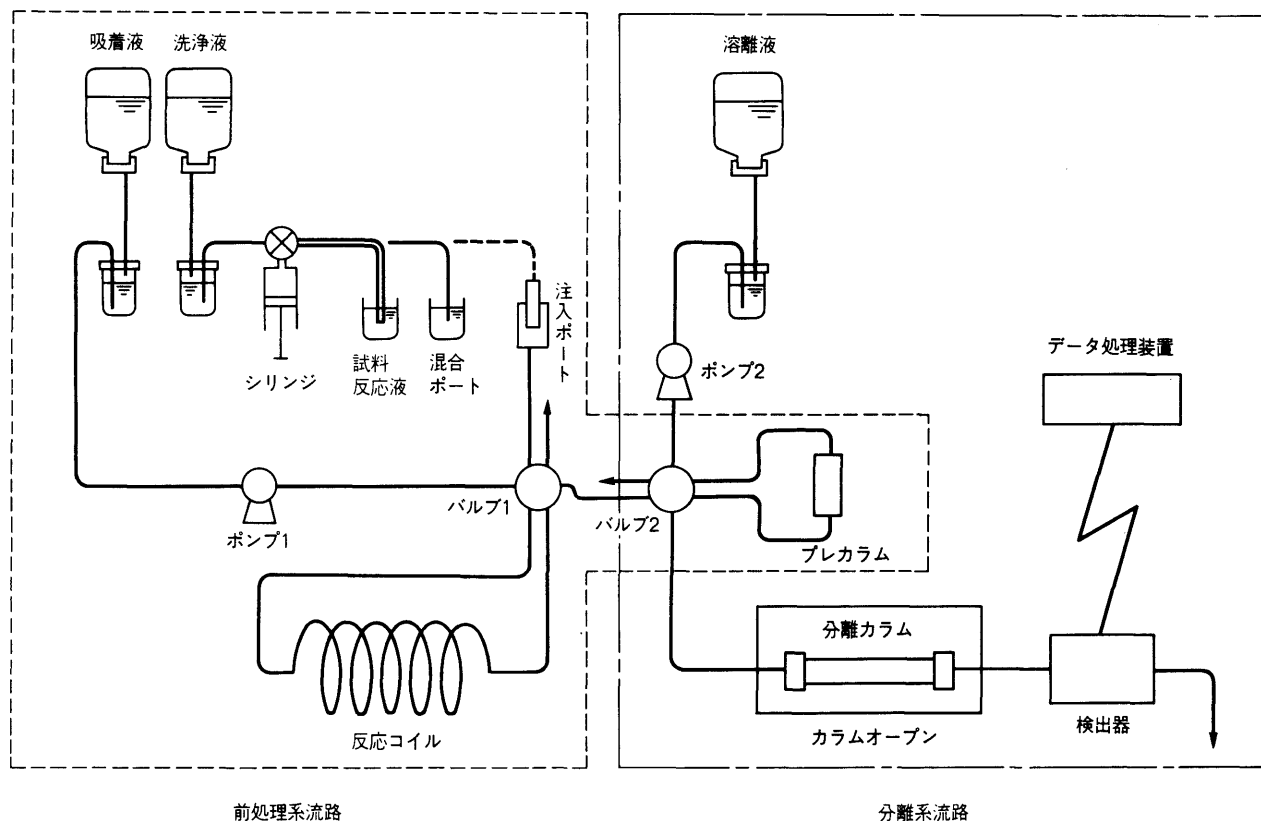


図8 カテコールアミン分析計の流路

表2 分析条件

分離カラム	150×4.6mm I.D. (3 μ m, C ₁₈)
プレカラム	10×4.0mm I.D. (10 μ m, ポリマーゲル)
溶離液	アセトニトリル/メタノール/50mM ホウ酸バッファ (pH 7.3), 10mM SDS (6 : 1 : 5.5, v/v/v)
吸着液	50mM ホウ酸バッファ (pH 7.3), 0.1M NaCl, 1mM EDTA
励起波長	350nm
蛍光波長	500nm

低いドーパミンの検出下限は約 8 pg/ml であった。

5. おわりに

高血圧・精神病・心疾患・糖尿病は、食生活の欧米化、生活環境の変化あるいは価値観の多様化、情報の氾濫(はんらん)、人間関係の希薄化などに伴うストレスの増大によって年々増加の傾向にある。今回開発した日立医用液体クロマトグラフは、上述した病気の早期診断や治療に役立つものとして期待される。この装置を基に、今後HPLCの有効性を生かした他の専用分析計を開発し、一人でも多くの人々が健康を保持することに貢献していきたい。

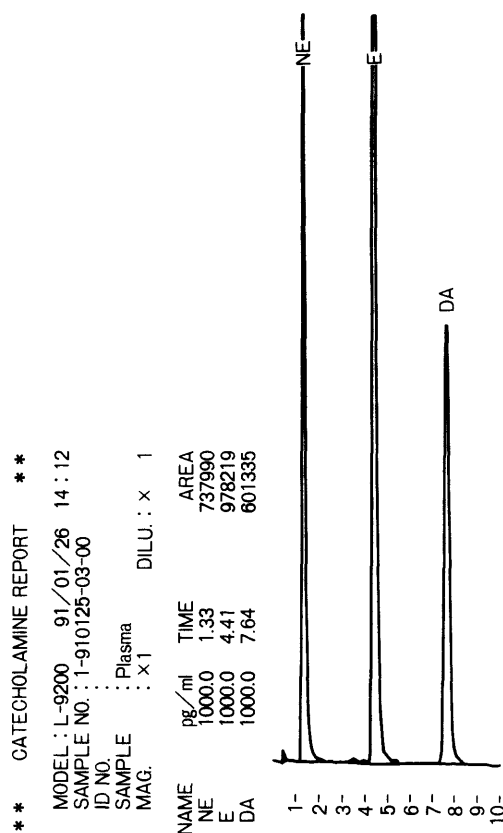


図9 標準サンプルの分析例

** CATECHOLAMINE REPORT **

MODEL : L-9200 91/01/26 16:12

SAMPLE NO. : 1-910125-03-08

ID NO. :

SAMPLE : Plasma

MAG. : x1 DILU. : x 2

NAME	pg/ml	TIME	AREA
NE	408.9	1.33	150895
E	122.6	4.54	59999
DA	26.1	7.64	7877

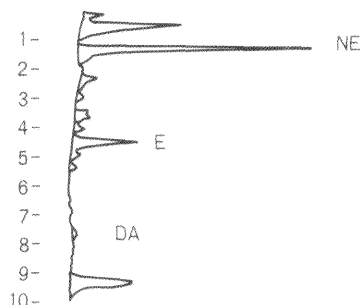
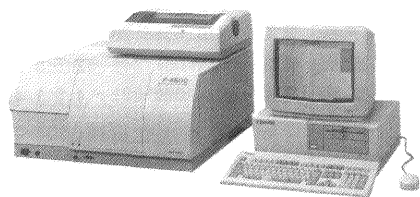


図10 血漿の分析例

参考文献

- 1) D. Nathan, et al.: N. Engl. J. Med., **310**, 341 (1984)
- 2) 清瀬 闊, 外: 日本総合健診医学会誌, **13**, 298 (1986)
- 3) 加瀬沢信彦, 外: 臨床病理, **35**, 203 (1987)
- 4) 大石誠一, 外: 日本臨牀(秋季増刊号), **43**, 842 (1985)
- 5) A. Mitsui, et al.: J. Chromatogr., **344**, 61 (1985)

新製品紹介

F-4500形
日立分光蛍光光度計

F-4500形は、従来比25倍の波長スキャン高速化により、その情報量の多さから定性分析への利用が広まりつつある3次元蛍光データを、2~3分で測定可能とした、初めての蛍光光度計である。また、最近、高感度分析法として注目されつつある室温りん光測定についても標準機能としている。

F-4500形の主な特長は、次のとおりである。

1. 500 nm/sの超高速波長スキャンを実現
 2. 3次元蛍光測定機能を標準搭載
 3. りん光スペクトル、りん光寿命を測定可能
 4. 豊富な定量測定機能を持つ
 5. 操作部には、MS-Windowsを採用
- (越 裕之記)

Topics

ACHEMA'91展
開催さる

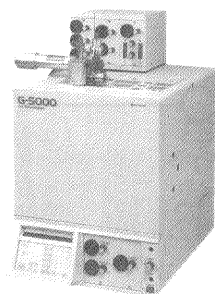
3年ごとに開かれる欧州最大の化学技術、バイオテクノロジー、公害制御の展示会であるアヘマ展が、6月9日~15日間ドイツのフランクフルトで開催された。出展企業数、入場者数とも過去最多となった本年のアヘマ展では、科学機器メーカーも、20か国から784社が出展し、PE社、HP社などと肩を並べてFISONS社が総合サプライヤとしてのプレゼンスを強調しているのが注目された。日立はHPLCをMERCK社で、新形分光光度計各種とNMRをCOLORA

社で展示する一方、特設の日立パビリオンで電顕を含めた各種セミナーを連日開催し、現在全世界で展開中のCI運動-HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENTS-のイメージを顧客に印象づけた。(工藤 正 記)



新製品紹介

マルチキャピラリー 分析可能 G-5000形 日立 ガスクロマトグラフ



今回、フューズドシリカキャピラリーカラム3本同時装着、注入口および検出器各最大3個取り付けによるマルチキャピラリー分析が可能なガスクロマトグラフG-5000形を開発しました。

充てんカラムからキャピラリーカラム中心へと移行している現在のガスクロマトグラフ分析分野を背景に、G-5000形は、より便利に、使い勝手の良いもの

のにすることを考えました。

温度制御性能は、従来機G-3000形で達成した高性能を踏襲するとともに、温度制御範囲の拡大、昇温能力の向上など、いっそうの高性能化を図りました。これにより、特に高沸点物の分析やGC-MS分析などで、今まで以上に威力を発揮するものと思われます。

また、キャピラリーカラム対応として養った高性能は、充てんカラムでの分析にも最適です。

このように、G-5000形はマルチパスなガスクロマトグラフとして、幅広いユーザーにご愛顧いただけるものと期待しております。

このG-5000形の主な特長は次のとおりです。

- (1) 同一試料を3種類の検出器で分析できますので、試料中の成分の定性が容易です。
- (2) 1台でキャピラリーカラム3本分の分析が行えますので、分析のスループットが向上し、床面積が有効に使えます。
- (3) マイクロコンピュータ制御による高性能カラムオープンにより、優れた保持時間の再現性が得られます。

(色摩 信義 記)

第8回イオン クロマトグラフィー 討論会 開催さる

去る6月6日、7日の両日、新潟メルパルクで首題の討論会が開催された。参加者は約190人と例年の倍近い大盛況であった。これは、今回の主題が「酸性雨と地球環境、質量分析計の応用(LC/MS)であったことと、金沢工業大学の木羽名誉学長、埼玉工業大学の武藤名誉学長及び福井工業大学山本副学長によるパネル討論「分析化学の過去、現在、未来」に誘われたものであろう。全31講演のうち、環境問題9件(うち日立1件)、LC/MS8件(うち日立2件)であったが、米国イリノイ州水質調査研究センターのDr. M. Pedenの「米国の酸性雨とイオンクロマトグラフィーによるモニタ」の特別講演が花を添えた。

(山崎 博美 記)

日製産業株式会社

本社 電話 東京(03)3504-7211
筑波支店 電話 土浦(0298)23-7391
千葉営業所 電話 千葉(0472)47-4151
新潟営業所 電話 新潟(025)241-3011
中部支店 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

北海道支店 電話 札幌(011)221-7241
北関東営業所 電話 大宮(048)653-2341
横浜支店 電話 横浜(045)671-5421
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

東北支店 電話 仙台(022)264-2211
西関東営業所 電話 八王子(0426)43-0081
厚木営業所 電話 厚木(0462)27-1391
豊田営業所 電話 豊田(0565)28-5191
関西支店 電話 大阪(06)366-2551
中国支店 電話 広島(082)221-4514

〈編集後記〉

ライフサイエンス特集として本号を企画しました。同様の特集としてすでに生化学が2回あり、この分野での研究開発の隆盛が強く印象に残りました。その進展の環に分析機器も組み込まれていることも痛感されます。たとえば、バーナ式の原子吸光度計しか無かった時代、生化学分野の研究者の方々から試料量の多さを一様に指摘されました。高温炉の出現により大幅に微量化され、現在は活躍の場を得ていますが一層の微量化を求める声は変わりません。これが新製品につながっていきます。(内野興一 記)

■本ニュースに関するお問い合わせは、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。

- 日立計測エンジニアリング株式会社
テクノリサーチセンタ
〒312 茨城県勝田市市毛882番地
電話 勝田(0292)73-2111(代)
- 日製産業株式会社
科学システム企画開発部
〒105 東京都港区西新橋1-24-14
電話 東京(03)3504-7195(ダイヤルイン)
FAX (03)3504-7756

HITACHI
SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
SEP./OCT. 1991 VOL.34 NO.5

発行 平成3年9月1日(年6回発行)
発行人 上村昌司
編集人 高田芳矩
発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部
科学機器システム部
〒100 東京都千代田区丸の内1-5-1新丸ビル
電話 東京(03)3214-3123(直通)
印刷所 日立印刷株式会社