

SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS

HITACHI

MAR. 1995
VOL.37 No.2

目次

巻頭言

分析値の信頼性はどこまで確保できるか
.....高田芳矩 -1

報文

極微量元素分析のための
マイクロ波誘導大気圧プラズマの特性
.....岡本幸雄 -3

解説

GLP, GMPに対応した高速液体
クロマトグラフシステム今井一成-10
FR-7000形日立フリーズレプリカ作製
装置の紹介.....15
ISO認証取得について22

学会発表 ミニファイル20

新製品紹介

S-2380N 日立走査電子顕微鏡 7

技術資料 新刊紹介

テクニカルデータ最新版ダイジェスト ... 8

トピックス

- ・'94分析機器展 2
- ・第21回フローインジェクション分析
講演会開催..... 2
- ・第25回全日本科学機器展..... 2
- ・クロマトグラフィー国際シンポジウム
開催.....24
- ・ナノ・アート25
- ・日立質量分析計2機種がR & D
100賞受賞26
- ・日本分析化学会 第43年会開催.....26

巻頭言

分析値の信頼性はどこまで確保できるか

To Keep a Quality Assurance In Chemical Laboratories

高田 芳矩*



高価な分析計だからそれによって得られる分析値は正しい値であると信じきっている人はいないと思う。しかし、コンピュータにより制御され、分析操作からデータ処理までが完全自動化された分析計は、その反面、ブラックボックス化されていて、もし入力ミスやソフトにバグがあったら、得られる分析値の信頼性をどう確保すべきか苦慮する。特に、各分析所の参加による相互比較分析値の施設間ばらつきの大きさには戸惑いさえも感じる。

分析装置の開発、設計、製造、販売、サービス等については国際品質保証規格 (ISO9000シリーズ) が、また、優良試験所の基準としてはGLP (Good Laboratory Practice) があり、一方、国際規格ISO/IECガイド25には「校正及び試験を行う試験所の能力に関する一般要求事項」が記載されている。さらに、日本工業規格 (JIS) など各種基準分析法、平成4年5月に公布された新計量法に基づく計量標準トレーサビリティ体系があって、これらが分析値の信頼性を担保しているように思える。

平成6年4月に勸日本分析センターに移ってはや1年が過ぎようとしている。当センターは「信頼される分析専門機関」として設立されて、平成6年5月に20周年を迎えた。原子力施設を持つ地方自治体及びその周辺の自治体の実施する環境放射能モニタリングの信頼性の確認を目的とする放射能分析確認調査事業を国から委託されており、分析値の信頼性には人一倍力を注いでいる。測定結果は、分析担当者、課長、品質保証担当者、同責任者と2重3重にチェックされ、センター内の技術会議で審議されたのち報告される。報告するデータは外部の専門家により構成される委員会でも評価されるが、この段階に至っても、数千にも及ぶデータの中にたった一つの転記ミスが見つかって冷や汗をかくことがある。

かつて、分析専門機関の信頼性を公的機関でチェックした結果、分析値の誤りは0.6~数%にも達していた。それに対して、勸日本分析化学研究所は、0.3%と、間違いの極めて少ない分析所であったことが報告されている (濱口 博編「分析業務の管理と技術」p.379 (1981) 産業図書)。当センター設立後、上記研究所の分析業

* 勸日本分析センター 分析部長、工博

務を引き継ぐ段階で、信頼性の確保が、システムのさらに強化され今日に至った。それにもかかわらず、幸いにして大事には至らなかったものの、この20年間で試料の取り違いや、単純な計算ミスで辛い思いをした人がいると聞く。

分析という作業は、人手を経なければ出来ない仕事もあって、人が介在することで間違いを生じることは避け難い。それゆえ、分析値にはミスがあり得るという前提に立って、報告書へのそれを防ぐ体制を確立したいものである。どこまで信頼性を確保できるかは作り上げた体制を如何に機能させるかに懸かっていることは言うまでもない。

筆者略歴

昭和43年3月 東京大学大学院 工学系研究科工業化学専門課程 博士課程修了（工学博士）
昭和43年4月 株式会社 日立製作所日立研究所入社
昭和55年2月 株式会社 日立製作所中央研究所日研分室長
昭和60年2月 株式会社 日立製作所那珂工場主任技師
昭和63年8月 株式会社 日立製作所那珂工場副技師長
平成3年8月 株式会社 日立製作所計測器事業部副技師長
平成6年4月 財団法人 日本分析センター分析部長 現在に至る

Topics

'94分析機器展



新製品高速液体クロマトグラフ“LaChrom”の展示コーナー

'94分析機器展が平成6年10月5日～7日まで千葉市幕張メッセで開催され、総入場者は35,062名にのぼり盛況であった。

日立は新製品の高速液体クロマトグラフ“LaChrom（ラ・クロム）”，ガスクロマトグラフ/3次元質量分析計（GC-3DQMS），ICP発光分析装置を中心に水質分析関連機器を出展し、メインステージで実演展示した高速液体クロマトグラフ“LaChrom”，HPLC，およびGC-3DQMS，ICPに人気が集。原子吸光，分光光度計，走査電子顕微鏡にも多数の見学者があった。

小間装飾は半円形を基調にした柔らかなさのあるイメージに一新。活気があふれていた。

併設の新技术説明会にも5テーマ

（HPLC（2件），GC-3DQMS & LC-MS，ICP，SEM）に参加し、410名のお客さまが聴講し、日立分析機器の機能、特徴、利用技術の豊富さをご理解いただいた。（山本秀雄 記）

第21回 フローインジェクション 分析講演会開催

第21回フローインジェクション分析講演会が、平成6年9月2日に当社バイオメディカルセンタ会議室において、62名の参加を得て開催された。今回は、「フローインジェクション分析によるモニタリング、新しい手法の開発」をメインテーマに特別講演として、キリンビール（株）佐久間修三氏による、「ビール苦み分析の実試料への応用」、岡山大学名誉教授桐栄恭二先生による、「フローインジェクション分析法を考える」という2件の発表が行われた。また13件の一般講演が行われ、当社からも、フローインジェクション分析の新しい手法として、「シングルショットFIA」に関する研究で3件の発表を行った。また昼休みには、テクノリサーチセンタの見学会を行い大変好評であった。一方夜の部の懇親会も38名の参加を得て、当社早戸クラブにおいて行い、講演会の熱心な討論がそのまま懇親会場に持ち込まれて大きな盛り上がりを見せ、2時間があっという間に過ぎた。

（黒石忠文 記）

第25回全日本科学機器展



新製品高速液体クロマトグラフ“LaChrom”の展示コーナー

第25回全日本科学機器展が平成6年11月8日～11日まで東京・晴海国際見本市会場において約58,000名の入場者を迎えて開催された。

日立は、高速液体クロマトグラフ“LaChrom”，ガスクロマトグラフ3次元質量分析計，およびICP発光分析装置の新製品をはじめ、原子吸光，分光光度計，ガスクロマトグラフを展示、また併設の新技术説明会にも2テーマ参加し、好評であった。

また本展示会の主催元である東京科学機器協会創立50周年を記念して《科学機器のあゆみ》のテーマ展示が行われ、日立は歴史的な分析機器製品のパネル展示を行い協力した。

（山本秀雄 記）

報 文

極微量元素分析のための
マイクロ波誘導大気圧プラズマの特性Characteristics of Microwave-Induced Plasma at Atmospheric Pressure
for Trace Element Analysis

岡本 幸雄*

(平成7年2月9日受理)

1. はじめに

半導体はじめ環境などの分野で、極微量の元素を分析する技術として、大気圧で生成した高周波 (27 MHz~2 kW) 誘導結合プラズマ (ICP) を溶液などの試料の励起・イオン化源とする発光分光分析法 (AES) や質量分析法 (MS) が、高感度で多元素同時分析ができることから広く用いられている¹⁻³⁾。

このICPでは、プラズマガスとして、希ガスのアルゴン (Ar) が用いられている。これは表1に示すように、破壊電位傾度や熱伝導率が小さくプラズマが発生しやすいことなどによる。しかしながら、ICPはArに起因した分子イオンなど (Ar^+ , ArC^+ , ArO^+ , Ar_2^+ など) を形成しやすく、上記分野で重要なCa, Cr, Fe, Seなどとスペクトル干渉を生ずるため、これらの極微量を直接検出するには適さない。さらに、Arのイオン化電圧 (表1参照) に起因して、~10 eV以上のイオン化電圧を有する元素は、検出しにくくなる^{2,3)}。

上記スペクトル干渉の問題を解決する方法の一つとして、窒素 (N_2) ガスを用いたマイクロ波誘導プラズマ (N_2 -MIP) がOkamoto Cavity⁴⁾を用いて生成できるようになり、 N_2 -MIP-MSで検証されている^{5,6)}。しかしながら、まだ N_2^+ と Si^+ など質量数28以下でのスペクトル干渉の問題とイオン化電圧の問題は解決されていない。

このため、イオン化電圧が最も高くしかも質量数の小さいヘリウム (He: 表1参照) が究極のプラズマとして注目されている。しかしながら、熱伝導率が他のガスに比べ非常に大きいこと (表1参照) などから、まだ実用的なプラズマはできていない^{1,7-9)}。

表1 各種ガスの物理定数

物理定数/ガス (m/e)	He(4)	N_2 (28)	O_2 (32)	Ar(40)
電 離 電 圧 (eV)	24.9	15.5	13.6	15.8
励 起 電 圧 (eV)	19.8	6.2	5.2	11.5
破 壊 電 位 傾 度 (kV/cm, 760 Torr)	3.7	35.4	32.1	6.7
熱伝導率 (10 ³ W/m·K, 0°C)	14.22	2.40	2.45	1.63
解 離 電 圧 (eV)	—	9.8	5.1	—

本報では、まずOkamoto Cavityを用いて生成した N_2 -MIPの基本的な特性について述べ¹⁰⁾ 次に、このCavityを用いて最近Heプラズマも生成できるようになってきたので、その基本的な特性と今後の課題について概説する⁹⁾。なお、本研究に用いた実験装置は、図1に示すようで、すでに詳細は報告している⁴⁾。

2. N_2 -MIPの特性

2.1 発光強度の空間分布

図2にFe I (252.2 nm) とFe II (258.6 nm) の発光強度の空間分布を示す。ここで、マイクロ波電力 (W) 1,000 ワット、プラズマガス流量 (Gp) 11 l/min, キャリアガス流量 (Gc) 0.62 l/minである。発光強度が最大になる位置 (Zp) は、中心軸上で、それぞれ6.5~7.0 mmと7.0~8.0 mmにあり、Fe Iの方がZpの小さいところで最大になる。このような特性は、WはじめGcや試料元素のイオン化電圧に大きく依存するが、傾向は同じである。

2.2 エネルギー分布

図3はFe I (371.99, 373.49, 373.71, 374.56, 374.95, 375.82, 376.38, および376.72 nm) の発光強度とそれぞれの励起エネルギーとの関係をプロット (Boltzmann plot) したものである。ここで、実験条件はW=1,000ワット、Gp=11 l/min, Gc=0.62 l/minである。プロットはほぼ一直線上にあり、プラズマは熱平衡状態にある。この直線の勾配から、励起温度 (Tex) が求められると5,410 Kとなる。

2.3 マイクロ波電力の効果

マイクロ波電力はプラズマの特性を大きく左右する。図4は発光強度Fe I (252.3 nm) とFe II (258.6 nm) およびTexのマイクロ波依存性を示す。ここで、Gp=11 l/min, Gc=0.56 l/min, 測定位置Z=8.0 mmである。マイクロ波電力の増加とともにTexとFe IIの発光強度は増大し、Fe Iの発光強度は減少する。これは、Texの増加によりFe IIの強度が増し、Fe Iは減少することを意味する。なお、さらにWを大きくすると、より高温高密度になる^{5,6)}。

2.4 プラズマガス流量の効果

図5はGpに対する発光強度Fe IIとTexの変化を示す。ここで、W=1,000ワット、Gc=0.62 l/min, Z=7.5 mmであ



* 東洋大学工学部 電気電子工学科 教授, 工博

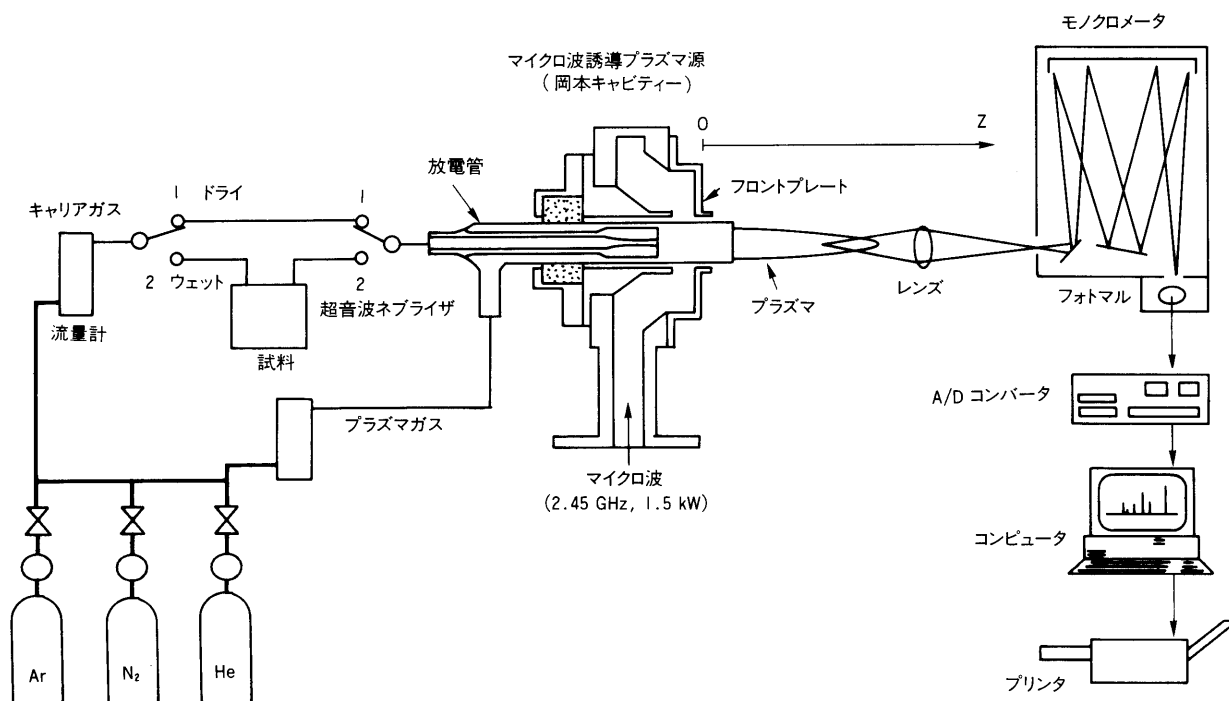


図1 マイクロ波誘導プラズマ (MIP) 実験装置

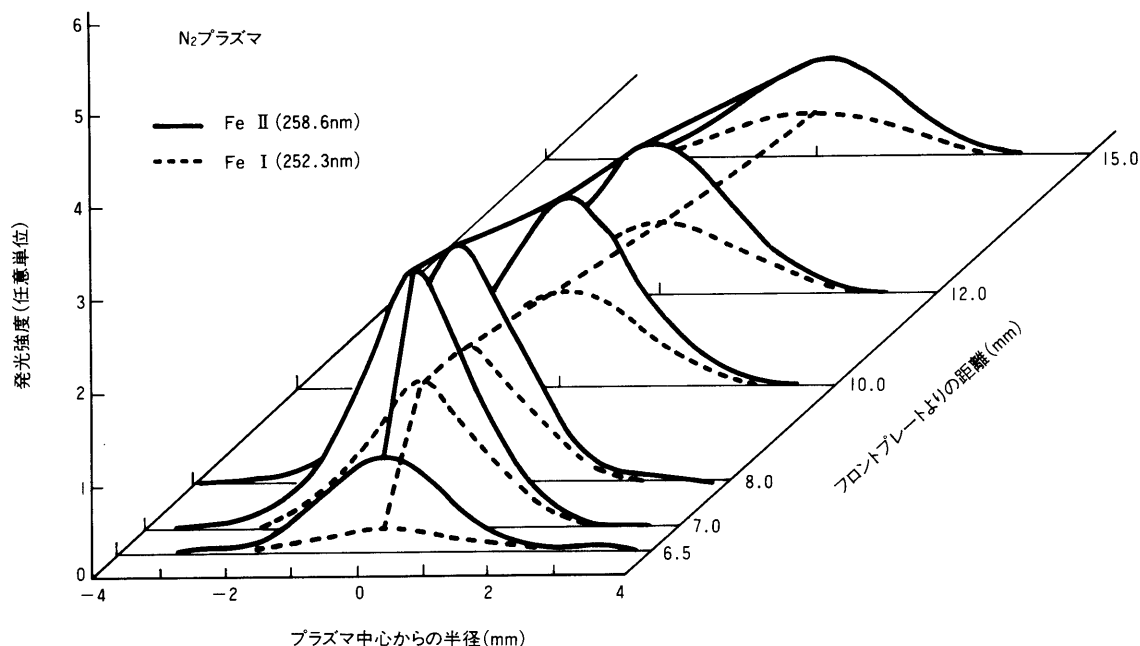


図2 発光強度Fe I (252.3 nm) とFe II (258.6 nm) の空間分布

る。プラズマガス流量の増加とともに、Fe II の強度と T_{ex} とは相関を保ちながら増加し、その後飽和する。これは、 W と G_c が一定のとき、 G_p の増加とともにプラズマの径方向の膨脹が抑えられ、その後外圧とバランスして径が一定になることによる。

プラズマガス流量はドーナツ状プラズマの安定維持と放電管の冷却に作用する。

2.5 キャリアガス流量の効果

図6 にキャリアガス流量をパラメータに、発光強度Ca I (422.7 nm) とCa II (393.4 nm) のZ分布を示す。ここで、

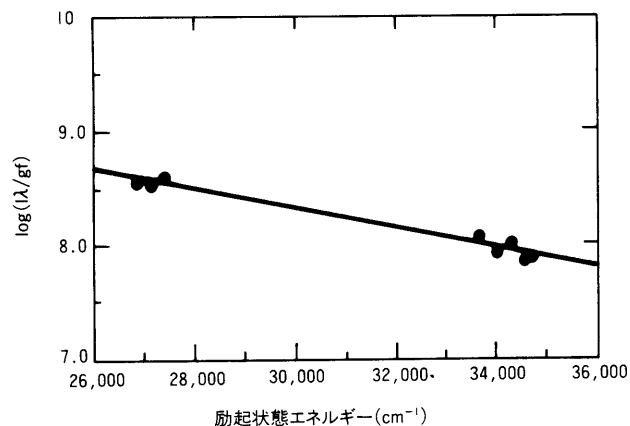
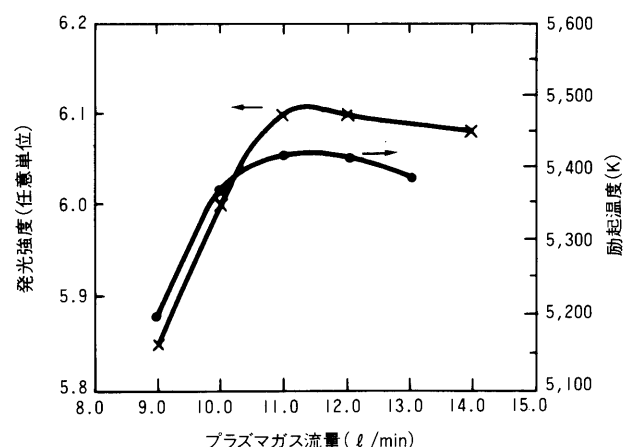
図3 N₂-MIPのボルツマンプロット

図5 発光強度Fe IIと励起温度のプラズマガス流量依存性

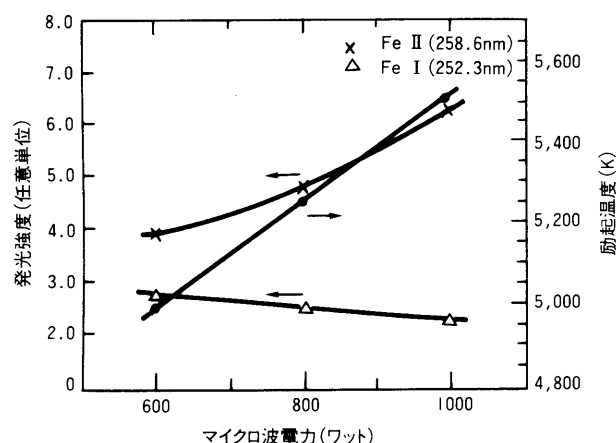


図4 発光強度Fe IとFe IIおよび励起温度のマイクロ波電力依存性

W=800ワット、Gp=10 l/minである。発光強度が最大になるGcが存在し、そのZ軸上の位置ZpはGcの増加とともに大きくなる。さらに、Ca IIの強度が最大になる位置は、図2と図4から予想されるように、Ca Iのそれより後方（Zが大きくなる方向）になる。これは、試料元素を励起・イオン化するのに時間を要し（residence time）、エネルギーを必要とするイオン化は励起よりも時間を要することを示す。このような特性は、Wや元素のイオン化電圧にも依存し、Wを大きくするとZpは小さく、またイオン化電圧の高い元素ほどZpは大きくなる。

図7は発光強度Fe I（252.3 nm）とFe II（258.6 nm）およびTexのGc依存性を示す。ここで、W=800ワット、Gp=11 l/min、Z=8.0 mmである。これらスペクトルが最大になるGcがそれぞれ存在し、前者は後者より大きくなる。また、TexはGcの増加とともに減少する。したがって、発光強度が最大になるためのTexが存在する。

2.6 キャリアガス種の効果

キャリアガスをN₂からHeまたはArに代えたときの発光強度Fe II（258.6 nm）のGc依存性を、ICP用の同軸型のニューマティックネブライザ（PN）と医療用の超音波型吸入

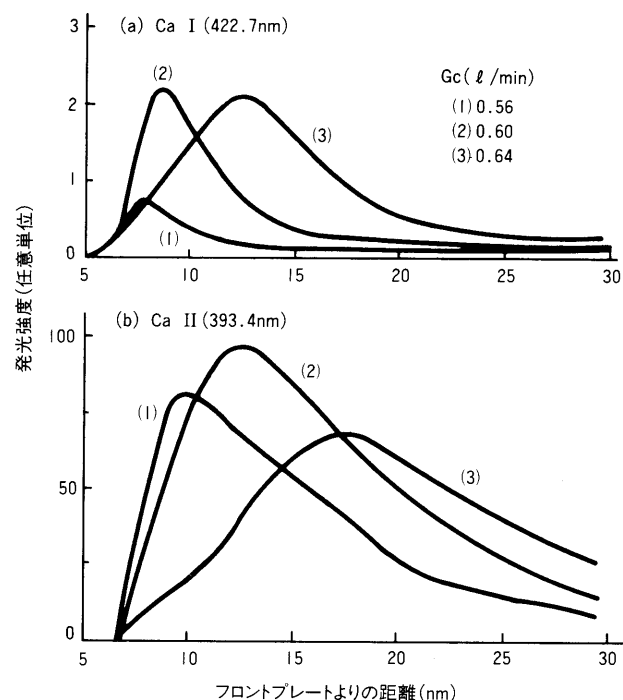


図6 発光強度Ca I（422.7 nm）とCa II（393.4 nm）の軸方向分布（パラメータ：キャリアガス流量）

器を改造した研究室製の超音波ネブライザ Ultra Sonic Nebulizer (USN) について図8に示す。ここで、W=700ワット、Gp=10 l/minで、軸方向（end-on）から測定した。キャリアガスの質量数の減少とともに、発光強度が最大になるGcは大きくなる。このGcはUSNではPNの1/2以下に減少し（0.5 l/min）、プラズマは安定に保たれる。また、最大発光強度もUSNはPNより大きくなり¹⁾、Heのとき最も大きい。このことから、N₂-MIP-AESや-MSでUSNとHeをキャリアガスに用いると、より微量を測ることができる。USNでは霧の平均粒径がPNに比べ小さく（特にHe）¹⁾、しかもHeのイオン化電圧も一番高い（表1参照）

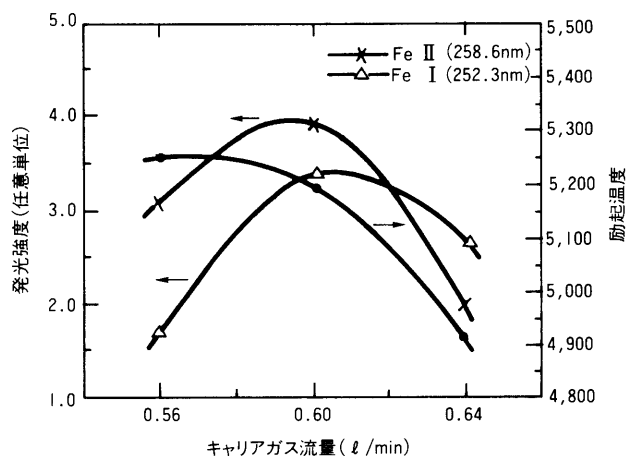
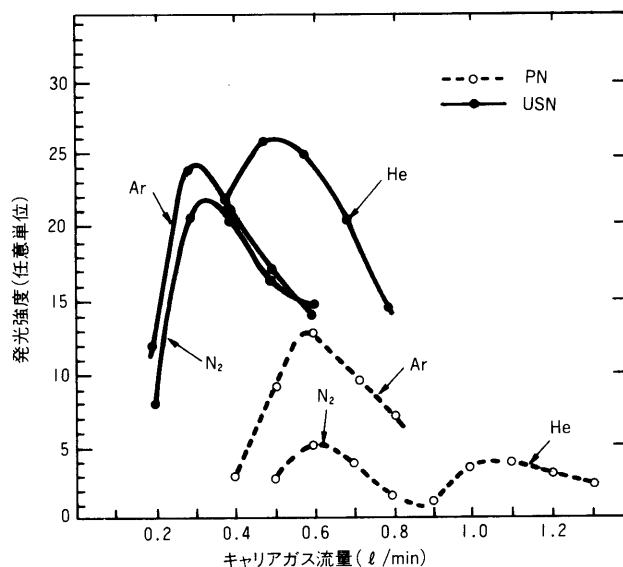


図7 発光強度Fe I とFe II およびTexのキャリアガス流量依存性

図8 キャリアガスとネブライザの種類による
発光強度Fe II (258.6nm) のキャリアガス流量依存性

ので、図9に示すようにTexも高くなる。図9はPNとUSNでのキャリアガス種によるTexのGc依存性を示す。実験条件は図8のときと同じである。

3. He-MIPの特性

図10はドライ（溶液導入なし）He-MIPの発光スペクトルを示す。ここで、 $W=1,200$ ワット、 $Gp=30$ l/min、 $Gc=0.5$ l/min（Heガスのみ）である。主なスペクトルはHe I (587.6, 388.9, 447.1 nm) であるが、微量のガスand/or大気からの窒素や酸素に起因するスペクトルも観測される。

図11は2.2で述べたFe I によるボルツマンプロットを示す。ここで、 $W=800$ ワット、 $Gp=25$ l/min、 $Gc=0.3$ l/minである。 N_2 -MIPのときと同じように、He-MIPも熱平衡状態にある。このときのTexは5,100 Kである。

図12はTexのW依存性を示す。マイクロ波電力の増加と

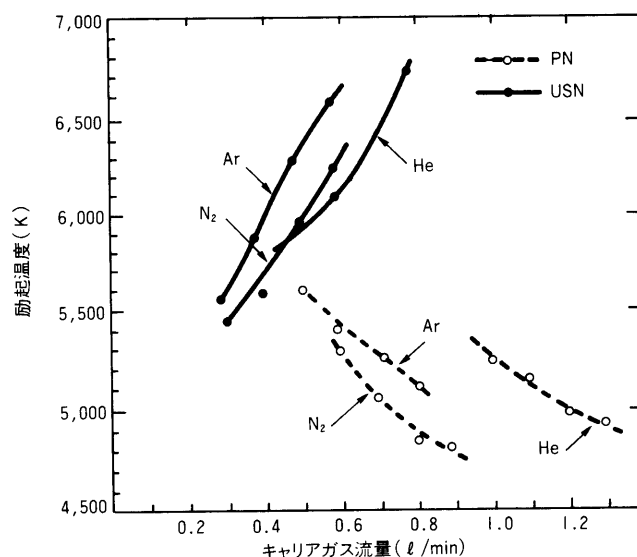
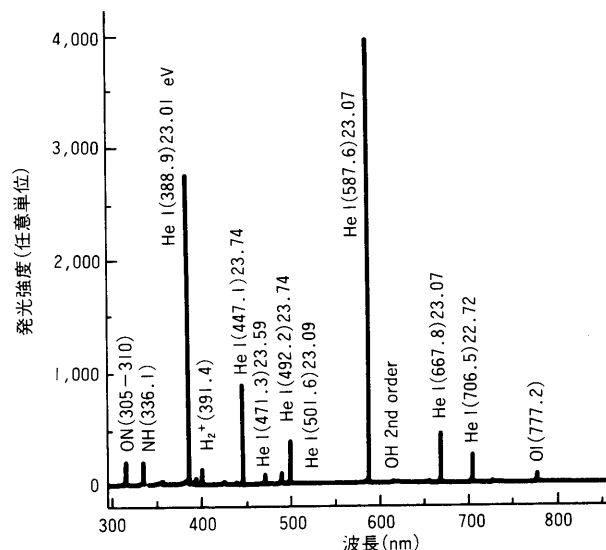
図9 キャリアガスとネブライザの種類による
励起温度のキャリアガス流量依存性

図10 He-MIPのバックグラウンドスペクトル（溶液導入なし）

表2 各種プラズマの励起温度

	Ar ICP [1]	He ICP [1]	He MIP		
			Beenakker cavity[2]	CMP[3]	Okamoto cavity
Power(W)	1,000	1,000	75	700	1,000 1,000
Species	Fe	Fe	He	Fe	He Fe
Tex.(K)	5,170	4,180	3,300	3,430	7,000 5,500

[1] S. Chan and A. Montaser : Spectrochim. Acta. 40B (1985) 1467.

[2] K. Tanabe, H. Haraguchi and K. Fuwa : ibid, 38B (1983) 493.

[3] B. M. Spencer, B. W. Smith and J. D. Winefordner :
Appl. Spectrosc., 48 (1994) 289.

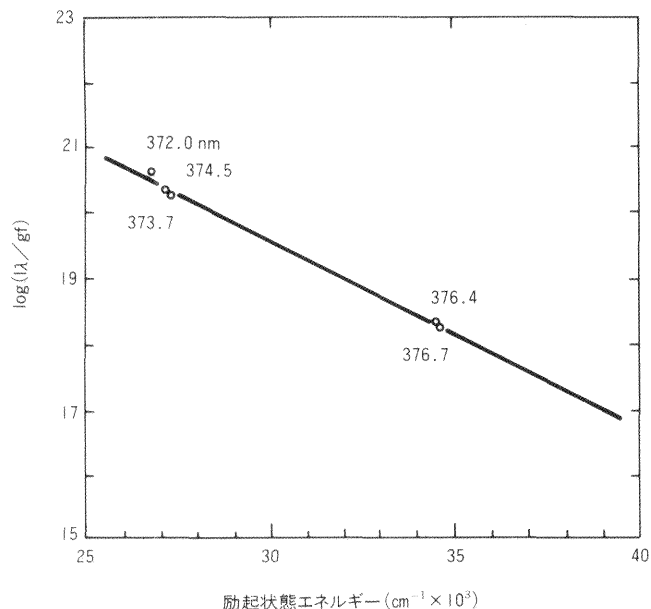


図11 He-MIPのボルツマンのプロット

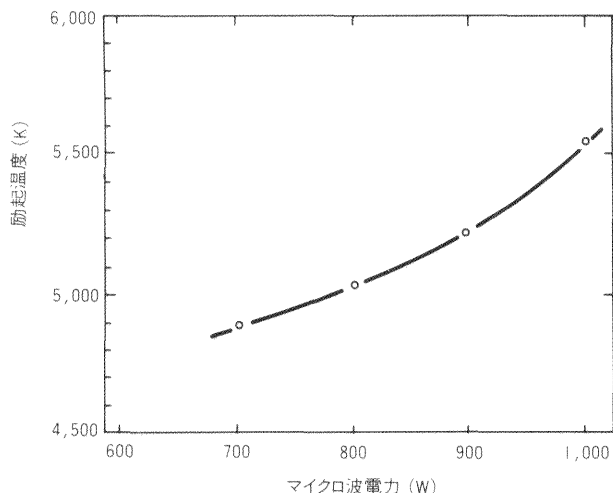


図12 励起温度のマイクロ波電力依存性

ともにTexは増加し、 $W=1,000$ ワットの時 $Tex=5,500$ Kが得られた。表2は各種プラズマのTexを示す。

このように、Okamoto CavityによるHe-MIPは、実用化されているAr-ICPや N_2 -MIP以上の特性が得られつつある。実用化のためには、Gpの低減がコストの面から（Heは N_2 の約10倍、Arの約4倍、4 Nのとき）不可欠で、現在解決が図られつつある。なおHe-MIPの生成は N_2 -MIPにおいてガスのみ切り換え（ $N_2 \rightarrow He$ ）が自由にできる。

4. おわりに

N_2 およびHe-MIPの基本的な特性について概説した。究極のプラズマと考えられるHe-MIPの完成も近いだろう。

本研究の一部は文部省科学研究費補助金（平成5,6年度）と倉田奨励金（平成5年度）による。

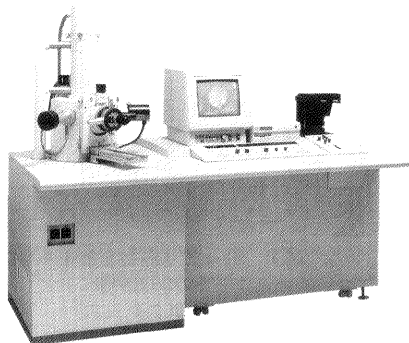
参考文献

- 1) Ed.by A.Montaser and D.W.Golightly : Inductively Coupled Plasma in Analytical Atomic Spectrometry, 2nd Edition (VCH, New York, 1992)
- 2) K.E.Jarvis, A.L.Gray and R.S.Houk : Handbook of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (Blackie, New York, 1992)
- 3) 河口, 中原編：プラズマイオン源質量分析 (学会出版センター, 1994)
- 4) Y.Okamoto : Anal.Sci, 7 (1991) 283
- 5) Y.Okamoto : J.Anal.At.Spectrochimi, 9, 7 (1994) 745
- 6) K.Oishi, T.Okamoto, T.Iino, M.Koga, T.Shirasaki and N.Furuta : Spectrochim.Acta, 49B, 9 (1994) 901
- 7) B.M.Spencer, B.W.Smith, and J.D.Winefordner : Appl.Spectrosc., 48, 3 (1994) 289
- 8) 沖野, 石塚, 野村, 嶋田：分析化学43 (1994) 377.
- 9) 岡本, 大串, 山田, 小倉：第43回分析化学会年会, 3G04 (1994) 321
- 10) R.H.Clifford, I.Ishii, A.Montaser, and G.A.Meyer, Anal. Chem, 62 (1990) 390
- 11) 山田, 小倉, 佐藤, 岡本：第56回分析化学討論会 (1995) 予定

新製品紹介

S-2380N 日立走査電子顕微鏡

SEMの応用分野の拡大にともない、従来のスロースキャン像でなく、一般のTVのような明るい画面で像観察を行いたいというニーズが高まっている。



このようなニーズにこたえて、すべてのスキャンスピードに対して静止画像表示を標準装備したSEM,S-2380Nを発売した。

これにより、一般の明るい研究室でもSEM観察が行える。

また、生サンプルを前処理なしでそのまま観察できるNaturalモードを装備し、光磁気ディスクなど最新の記録メディアにも対応できる機能も備えている。



テクニカルデータ 最新版ダイジェスト

最近発行されたテクニカルデータは次のとおりです。No.の欄に*を付けたテ

マについて簡単に紹介します。また、チルドSEMデータ集についても述べます。

種 別	No.	題 目
TEM	*71	H-7100形透過電子顕微鏡による高分子材料のSTEM観察
	72	HF-2000形による組成像観察とその応用
	73	スロースキャンCCD-TVシステムによる有機材料の結晶構造確認
	74	透過電子顕微鏡の楽しみ
SEM	76	S-4200形走査電子顕微鏡とその応用
	77	走査電子顕微鏡の楽しみ
	78	S-4500形SEM——2つの2次電子検出器の使い方
	79	ダイレクトヒーティングホルダによる高温高分解能SEM像観察の試み
MS	57	農薬のAPCIマスマスペクトルの解析
	58	LC/APCI-MSによる低極性化合物の分析 (2)
	59	GC/MSによる工場排水中ベンゼンの高感度分析
UV	129	吸光光度法による水中有害物質の自動分析 (シアンの測定)
MIP	9	頭髮中のAs, Se, Cd, Pbの定量
	10	牛肝臓中の微量金属分析
AA	81	海水中的カドミウム, 鉛, モリブデンの分析
	*82	無電極放電ランプを用いた水道中ひ素, セレンの分析
	83	自動QCソフトを用いた河川中のクロムの分析
ICP	33	汚泥中の金属元素の分析
	34	超音波ネブライザを用いた有機アルカリ溶液中の微量金属の定量
	*35	P-4000形日立ICP発光分析装置測定例
LC	127	チウラムの分析
	128	血中クレアチニンの分析
	*129	カルバメート系農薬の分析
	第2集	食品, 農薬, アミノ酸光学異性体などの測定例と分析条件

1. H-7100形透過電子顕微鏡による高分子材料のSTEM像観察 (TEM No.71)

走査透過電子顕微鏡 (STEM) 像はコントラストの少ない材料の観察に有効とされている。この特性を生かして耐衝撃性ポリスチレン (HIPS) の無染色凍結切片 (厚さ0.2 μm) を観察した。HIPSに引っ張り応力を加えたとき生ずるゴム粒子間のクレーズと呼ばれるひび割れが極めて鮮明にとらえられた。

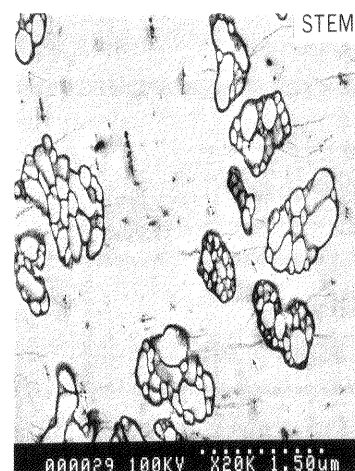


図1 引っ張り応力を加えたHIPSのSTEM像 (矢印がクレーズ)

2. 日立チルドSEMデータ集 (カタログNo.EX-998)

試料を約0℃のチルド帯温度に保つクールステージを装着した低真空タイプSEMを用いて菊の花の成長過程の観察に成功した。この

ほかジャガイモの組織、アスパラガスの成長点、手術用糸、マグロの切り身やもちのカビなど自然の姿の観察例が多数紹介されている。



図2 菊の花の成長過程のSEM像

3. P-4000形日立ICP発光分析装置測定例 (ICP No.35)

有機溶媒試料がそのまま導入できる40 MHzプラズマトーチを活用したエンジンオイル中の金属元素の直接分析、的確迅速に最適分析線を選択できる分析線情報機能を用いたすず合金中不純物の高精度分析など13件の分析例が掲載されている。各分析例とも1ページでまとめられ実用的である。

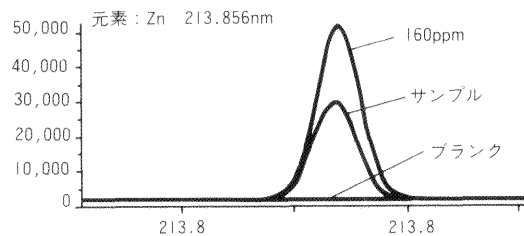


図3 エンジンオイル中亜鉛のスペクトルプロファイル

4. 無電極ランプ (EDL) を用いた水道水中ひ素、セレンの分析 (AA No.82)

ひ素は上水基準、環境基準とも0.01 mg/lであり、その10分の1の濃度で変動係数10%以下で測定できることと定められている。フレイムレス原子吸光法でひ素を測定する場合、ベースラインのノイズが光源強度に依存する。高輝度光源を用いることによって高S/Nが得られ、試料の濃縮操作を不要化できた。

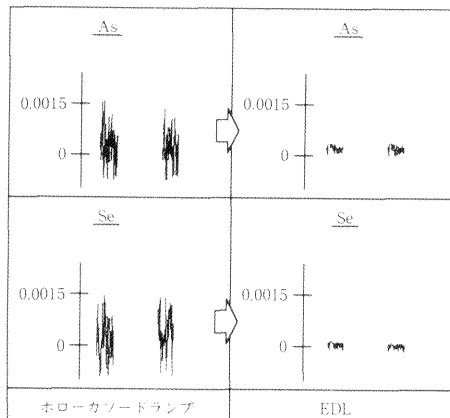


図4 ノイズの比較

5. カルバメート系農薬の分析 (LC No.129)

食品衛生法で規制されているカルバメート系農薬19種類のうち6成分に液体クロマトグラフ分析が適用されている。規制外の3成分を加えた9成分の一斉分析を試みた。逆相分配系のODSカラムを使用し、OPAによる誘導体化法を採用した。タイムプログラム機能を用い成分ごとに測定波長を変えることにより高感度が得られ、1 ppbレベルを分析できた。

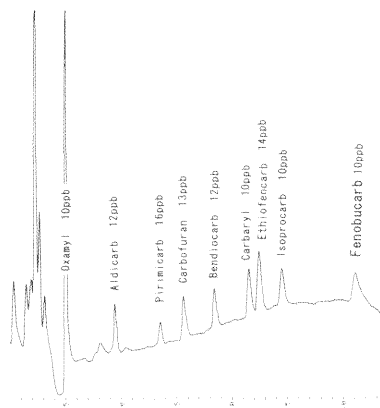


図5 農薬9成分の一斉分析

解 説

GLP, GMPに対応した高速液体クロマトグラフシステム

GLP and GMP Compliant HPLC Systems

今井 一成*

(平成7年2月3日受理)

1. はじめに

医薬品は、われわれの健康を維持するために欠くことのできないものとなっている。反面、健康に悪い影響を与えるポテンシャルも高い。そこで、法的に安全性を確保するために各種規制が設けられている¹⁾。医薬品の開発では、有効性をはじめさまざまな試験が行われるが、とりわけ安全性の試験（毒性試験）は、薬害とのかかわりで最もその信頼性が問われる。GLP (Good Laboratory Practice) は、試験データの信頼性を得るために、日本ではガイドラインとして1982年3月に定められた²⁾。製造承認された後、医薬品の製造では品質管理が重要である。従来、GMP (Good Manufacturing Practice) として、製造設備を中心として品質管理の規制が定められていたが、1993年5月の改正で、製造管理や試験を含めた部分に適用範囲の拡大が行われた³⁾。

同様に医薬品以外の分野でも、精度管理や信頼性確保に対する関心と配慮が高まっている。一般製造業では、ISO9000 (International Organization for Standardization: 品質管理システムに関する国際規格)⁴⁾に適合するよう、品質管理や開発実験での試験の信頼性が求められている。アメリカでは、EPA (Environmental Protection Agency: 米国環境保護局) が、環境分析について、GLPガイドラインを発表している⁵⁾。

いずれの場合にも、試験データの信頼性確保には、共通して次の項目が必要となる。

(1) 分析装置の性能維持管理…

分析装置の性能は十分か。

正常に動作、機能しているか。(バリデーション)

出力値の調整は正しいか。(キャリブレーション)

(2) 分析操作の信頼性管理…

分析方法は適正か。(バリデーション)

手順は守られているか。

(3) データの管理…

結果の保存は良いか。

トレース (再現実験) できるか。

レポート作成に誤りはないか。

それぞれ各ステップごとに、方法の文書化、結果などの記録の作成と保存が要求される。このため、対応を完全にしようとすると通常の分析操作に加えて膨大な作業が増加する。そこで、新製品の高速液体クロマトグラフ“LaChrom”

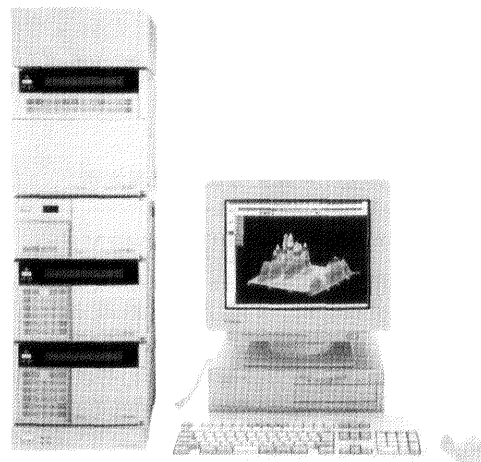


図1 高速液体クロマトグラフシステム“LaChrom”

(図1)では、管理の品質を向上し、かつ作業量を低減する自動性能試験や記録作成などのサポート機能を充実させて、GLP, GMP対応の効率化を図った。

2. 装置の性能維持管理

2.1 システム性能確認

分析装置が分析の目的に合った適切な性能を有していることを、使用開始前および使用中の一定期間ごとに確認する。試験周期(頻度)や項目、手順は、使用目的に合わせあらかじめ規定される。

液体クロマトグラフは、ポンプや検出器などのモジュールを組み合わせて自在のシステムを構築できるようになっている。このフレキシビリティが、とりわけ性能確認を煩雑にしている。得られる結果の信頼性を保証するためには、基本的に装置のハードウェアとしての性能確認をそれぞれのモジュール単位で行うことも必要であるが、むしろ実際の分析時のシステム全体の状態を把握することが重要である(図2)。それぞれの分析が行われた時点で、システムが正常に運転されていたことを示す情報を得ることが望ましい。

日立D-7000形HPLCシステムマネージャでは、分析時のシステム全体の状態を的確に把握することができる。分析ごとに、分離の基本パラメータを自動的に計算しレポートに記録する。図3のコンフィデンスレポートに示すように保持時間(RT)、分配比(k')、理論段数(N)、分離度(R_s)、分離係数(α)、S/N、を表形式で出力する。判定基

* ㈱日立製作所 計測器事業部科学システム本部

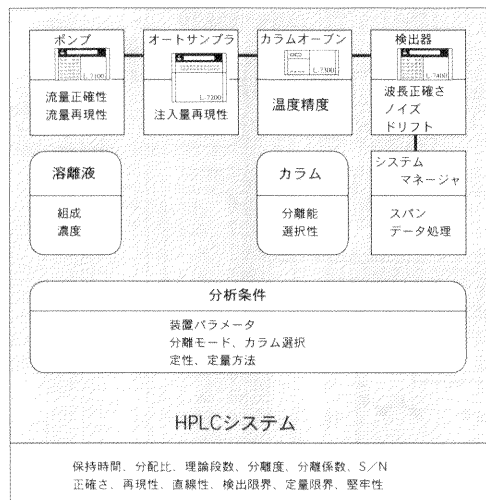


図2 モジュールとシステムの概念図
各下段に主な試験項目を示す。

準を超えた項目には、記号（*）表示と警告メッセージが表示され異常チェックも容易である。溶離液組成、グラジェント条件、カラム性能などを含めてシステム全体の状態が、目的の分離分析に適合していることを系統的に評価できる。

ハードウェア面では、ポンプ圧力プロファイルとカラムオープン温度プロファイルがグラフ表示され、ポンプの異常やリーク、カラムのつまりなど分析中の異常を容易に見いだすことができる（図3）。

それぞれのパラメータをトレンドで把握することが、状態管理上有効である。一例を図4に示す。カラム圧力および標準試料の濃度の経日変化をプロットしている。あらかじめ管理幅を設定しておけば、カラム交換の時期を判断することもできる。このような解析もHPLCシステムマネージャ上で容易に行える。

2.2 モジュール性能確認

各モジュールは、電源投入時に自己点検し、異常検出を

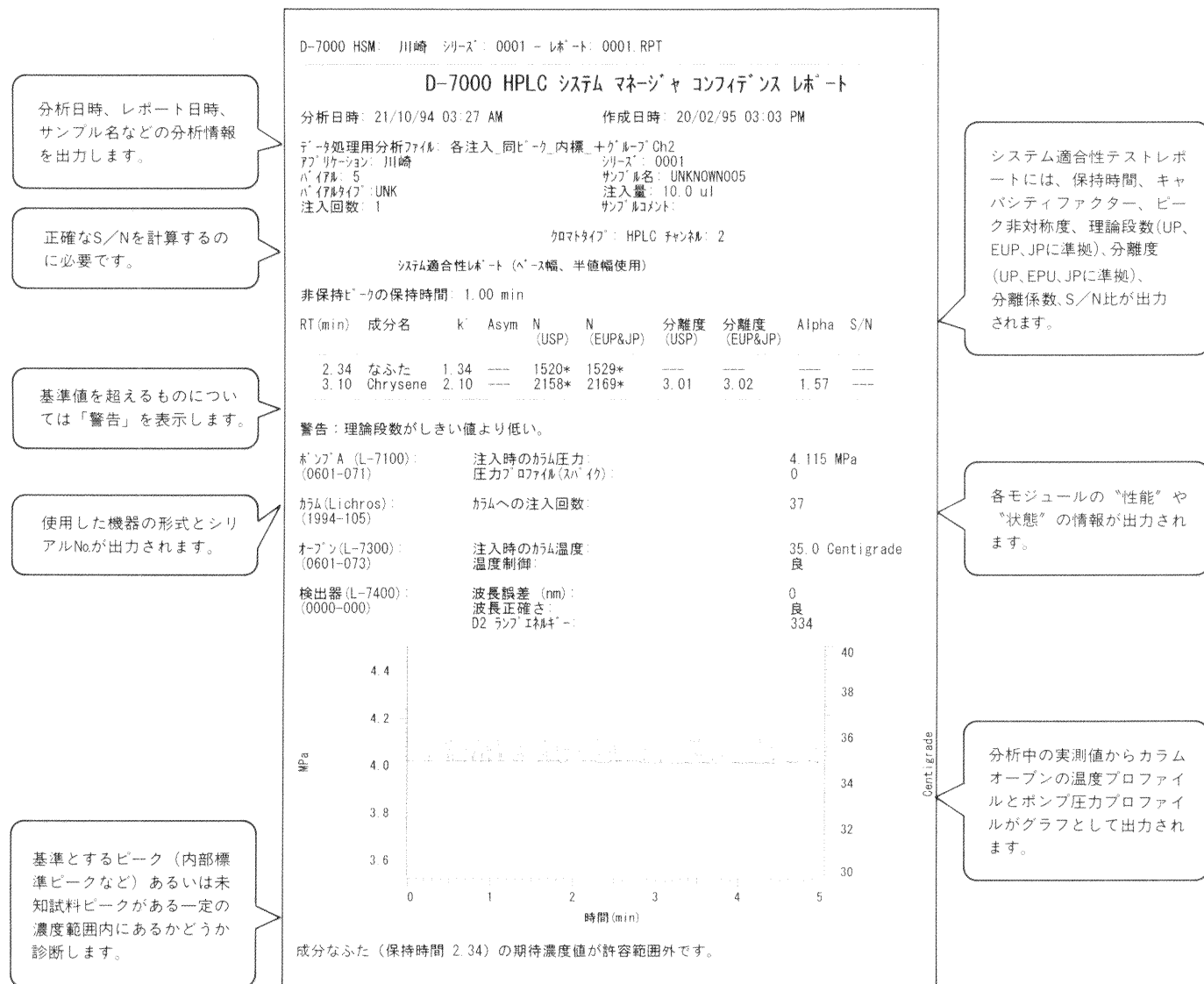


図3 コンフィデンスレポート
システムの性能評価を各分析ごとに自動的に行い、分析レポートと合わせて出力できる。

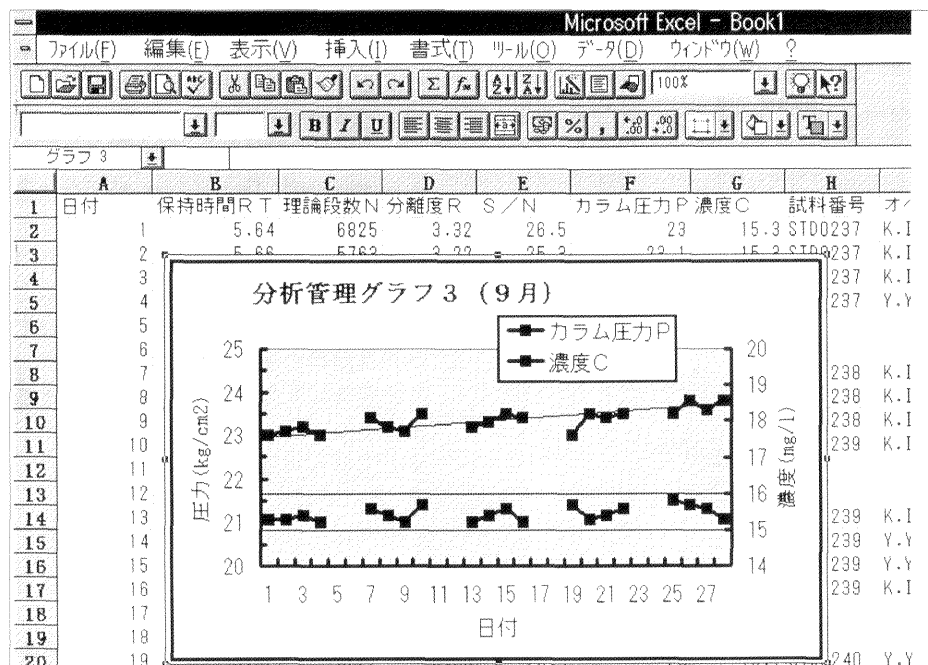


図4 各管理パラメータのトレンド把握

この例では市販の表計算ソフトウェア(米国Microsoft社Excel)を利用して、カラム圧力Pと計算濃度Cの経日変化をグラフ化している。

メッセージ表示する。この機能は使用時の点検を簡便にしている。たとえば、L-7200形オートサンプラでは、アームやノズル、バルブなどの動作確認、メモリなどの確認を行う。

また、個々のモジュールの性能確認を容易にするための機能も各種搭載している(図5)。L-7400形UV検出器やL-7480形蛍光検出器では、波長の正確性を自動的に評価する機能(WL-CHECK)を(図6)、D-7500形データ処理装置やD-7000形HPLCシステムマネージャでは、ノイズ、ドリフトをチェックするテストラン機能(TEST RUN)、データ解析ソフトウェアのチェックを行うテストクロマトグラム(TEST CHROMATO)などを持たせた。また、性能確認のためのSOP(Standard Operating Procedure: 標準操作手順書)を作成する際に役立つように、メーカーの経験に基づくアドバイスをSOP案として提供している。

2.3 保 守

性能維持のためには、消耗部品の交換など保守管理が重要である。従来、消耗部品を交換した際には、交換日をノートなどに記録し、次の交換の目安としている。しかし、使用者が多数になると運用上難しい面もあった。そこで、高速液体クロマトグラフ“LaChrom”では、交換頻度の高い消耗部品について、交換日および交換後の使用頻度を各モジュールに記憶、表示する機能を新規に搭載した。D-7500形データ処理装置やD-7000形HPLCシステムマネージャのプリンタから出力させ管理レポートとしても利用できる(図7)。

3. 分析操作の信頼性管理

3.1 自動化

分析装置が正常に機能するだけでは、正しい分析結果が

L-7100ポンプ ◇自動自己診断 ◆圧力プロファイル ◆ポンプ圧力 (各分析スタート時) ◆圧力エラー □総送液量 □ポンプシール交換日	L-7200/7250オートサンプラ ◇自動自己診断 ◆動作エラー ◆注入確認 (L-7250のみ、オプション) □シリッジ往復回数、交換日 □注入バルブシール交換日 □注入バルブシール使用回数
L-7400UV検出器 L-7420UV/VIS検出器 L-7480蛍光検出器 ◇自動自己診断 ◆波長正確性 ◆ランプエネルギー確認 □ランプ点灯時間 □ランプ交換日	L-7300オープン ◆実測温度 (温度プロファイル) ◆温度エラー ◆液もれ検知

図5 各モジュールの品質保証情報

各モジュールは性能確認および主要消耗品の交換記録(交換日および交換後の使用情報)を行う。

得られているかどうかは保証されない。すなわち、サンプリングから、試料の保存管理、前処理、試薬(溶離液)調製、分析試料の設置、装置の条件設定、操作、データの解析まで一連の操作、手順が間違いなく進行されなければならない。このため分析手順がオペレータによらず同一とな

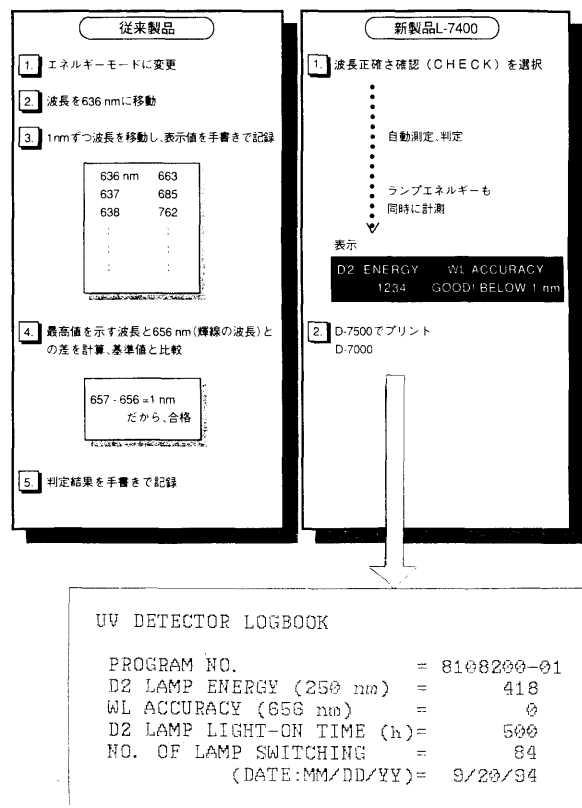


図6 性能確認の例
L-7400形UV検出器で波長正確さを試験する。
従来に比べ、操作性が向上、記録ミスが低減する。

AUTO SAMPLER LOGBOOK	
PROGRAM NO.	= 8108300-01
INJECTION PORT SEAL (times)	= 84
(DATE:MM/DD/YY)	= 9/20/94
INJECTION VALVE SEAL (times)	= 84
(DATE:MM/DD/YY)	= 9/20/94
SYRINGE (times)	= 84
(DATE:MM/DD/YY)	= 9/20/94
SVALVE SEAL (times)	= 84
(DATE:MM/DD/YY)	= 9/20/94

図7 メンテナンス ログブック出力例
L-7200形オートサンプラのログブックを
D-7500形データ処理装置でプリントした。

るように、SOPを準備し、運用することが規定されている。しかし、人為的なエラーを減らすためには、可能な限り自動化や操作の簡略化を進めることが望まれる。高速液体クロマトグラフ“LaChrom”では、専用の通信方式、D-lineコミュニケーションを採用し、自動化のためのシステムコントロールを容易にしている。1種類の通信ケーブルを順不同に相互接続するだけで、制御信号およびデータの転送が可能である。

D-7000形HPLCシステムマネージャでは、各装置パラメ

ータを分析メソッドファイルとして記憶し、システムの自動運転を単純な操作で、間違いなく行わせる。マルチウィンドウによるグラフィカルユーザーインターフェースで、容易に設定変更、記憶ができる。さらに、操作ミスなどの不意な変更から保護するためのセキュリティシステムおよび来歴管理情報をサポートしている。エラーを低減すると同時に、省力化が可能である。

3.2 設定条件記録

各モジュール単位でも設定条件確認の容易化を図っている。各モジュールの設定条件は、一連の分析ごとにD-7500形データ処理装置やD-7000形HPLCシステムマネージャのプリンタから出力させ管理レポートとしても利用できる。設定の確認をより確実にすると同時に、条件を毎回写し取る必要がない。追試のための再現実験を行ううえで有効である。

3.3 運転中の動作確認

運転中の動作確認は、前述のコンフィデンスレポートで行える。分離パラメータの自動計算、レポートのほかに動作を確認する機能を持っている。

オープン温度が一定の範囲内ないと注入を行わない機能は、特に電源投入後の測定開始時に温度が安定した状態であったことを保証する。

L-7250形プログラマブルオートサンプラでは、試料びん中の試料が足りない場合などに注入量の異常を警告する注入確認機能をオプションで付加できる。

データ診断機能では、標準試料や内部標準となる成分について、保持時間、ピーク面積、または計算濃度が期待される範囲内にあるか否かを判定する。システムの状態が総合的に良好であるかどうかを示してくれる。項目、範囲の設定は、画面上で容易に行える(図8)。

4. データの管理

得られたデータの管理も重要である。データの紛失や誤記があってはいけない。D-7000形HPLCシステムマネージャでは、データの記録、レポート作成が自動的に行える。ファイル管理も、分析メソッド(条件)ファイル、分析データファイル、レポートファイルが一括管理できるように構成され、条件と結果のリンクが容易である。

4.1 セキュリティ

意図的な場合はもちろん、不慮の場合も含めて、分析データの変更、修正、交換や、消去、複写ができないようにプロテクトされる。変更の際には来歴も記録される。

4.2 ネットワーク対応

分析結果からのフィードバックを迅速化させるためにも、データの集中管理が重要となる。分析情報をネットワーク化させるLIMS(Laboratory Information Management System)の導入が積極的に進められている。

D-7000形HPLCシステムマネージャでは、Windows NT(米国Microsoft Corp.の商標)をオペレーティングシステムソフトウェア(OS: Operating System)に採用しており、Ethernet(米国Xerox Corp.の商品名称)などの通信に容易に接続、対応できる。通信を介してのデータセキュリティに対しても配慮がなされている。将来にむけてLIMSへの対応力のあるソフトウェアとなっている。

Polyaromatic Hydrocarbons

Ch1 - コンフィデンスレポート

レポート内容

☒ システム適合性テスト(SST) ☒ 動作確認テスト ☒ ティーク診断

システム適合性テスト(SST)

計算方法 ☐ ピーク幅(USP) ☐ ピーク半値幅(EUP&JP)

非保持ピークの時間(min) 0.01

警告の範囲

ピーク対称度(As) 0.80 - 1.20

カラム理論段数(N) 5000

分離度(R) 0.8

S/N 3

動作確認テスト

☐ 温度・圧力プロファイルの出力

警告の範囲

カラムへの注入回数 3000

スタート時の圧力 400

ランタイム 100

波長正確さ 1

ティーク診断

☐ 診断ピーク

保持時間(min) 3.2 面積 15000

ID幅(%) 1 許容幅(%) 3

☐ ピーク期待濃度の判定

図8 コンフィデンスレポートフォーマット画面
コンフィデンスレポートの出力内容を設定する。

5. まとめ

このように、高速液体クロマトグラフ“LaChrom”は、自動化およびサポート機能を高めGLP, GMP対応に適した環境を提供する。各モジュール単位、およびシステムを全体としての機能を表1にまとめる。GLP, GMP対応に必須な性能確認、記録作成を確実に、かつ容易にし、人為的エラー低減、作業性の改善を行う。総合的な結果として分析結果の高い信頼性を得ることができる。もちろん省力化にも貢献する。

参考文献

- 1) 薬事法, 法律145号, 昭和35年(1960)8月10日
- 2) (GLP関連)
医薬品の安全性試験実施の件, 薬発第33号, 昭和57(1982)3月31日
一部改正, 薬発第776号, 昭和58(1983)10月1日, 薬発第870号, 昭和63(1988)10月5日
- 3) (GMP改正関連)
薬事法改正, 法律27号, 平成5年(1993)4月28日
薬事法施行令改正, 政令391号, 平成5年(1993)12月22日
製造管理および品質管理規則(GMPソフト)厚生省令3号, 平成6年(1994)1月27日
- 4) (ISO9000関連)
品質管理および品質保証の規格——選択および使用の指針, JIS Z9900-1991 (ISO 9000:1987)
品質システム——設計・開発, 製造, 据付けおよび付帯サービスにおける品質保証モデル, JIS Z9901-1991 (ISO 9001:1987)
品質システム——製造および据付けにおける品質保証モデル, JIS Z9902-1992 (ISO 9002:1987)
品質システム——最終検査及び試験における品質保証モデル, JIS Z9903-1992 (ISO 9003:1987)
品質管理及び品質システムの要素——指針, JIS Z9904-1992 (ISO 9004:1987)
- 5) 米国EPAのGLP(実験規範)最新版ハンドブックの紹介, 環境化学, 4(4), pp 903-917 (1994)

表1 高速液体クロマトグラフ“LaChrom”のGLP, GMP対応機能

機能	モジュール	D-7000 システム	備考, 関連事項
記録作成			
分析パラメーター一覧	—	○	メソッドファイル
分析条件, クロマトグラム 解析結果	—	○	分析レポート
設定変更記録	—	○	イベント記録
分析者名	—	○	パスワード
記録の保存性	○(D-7500)	○	
データセキュリティ(保護)	—	○	パスワードシステム
性能確認			
性能確認レポート	—	○	コンフィデンスレポート
システム性能確認	—	○	システム適合性試験
エラー記録	—	○	
エラー表示	○	○	
エラーのレポート中表示	—	○	
メンテナンス記録	○(D-7500)	○	
サービスレポート	—	○	
自動波長正確さ確認	○(*)	○(記録)	L-7400, L-7420, L-7480
データ処理ソフトウェア確認	○(D-7500)	○	テストクロマトグラム
注入確認	○(L-7250)	○(L-7250)	L-7250にオプション
定性, 定量機能,			
データ評価			
スペクトルによる定性確認	—	○	3次元クロマトシステム
ピーク純度確認	—	○	3次元クロマトシステム
ピーク対称性	—	○	システム適合性試験
クロマトグラムとスペクトル の比較参照	—	○	3次元クロマトシステム (マルチウィンドウ)
ノイズ, ドリフト自動測定	○(D-7500)	○	テストラン
定量方法	—	○	多 種
統計計算	—	○	
ピーク診断	○(D-7500)	○	

FR-7000形 日立フリーズレプリカ作製装置の紹介

Hitachi Model FR-7000 Freeze Etching Device

古谷 寿宏*, 野中 裕貴*
木村 政司*

1. はじめに

細胞・組織を透過電子顕微鏡（以下、TEMと略す）で観察する場合、それらの細胞形態をできるだけ生きている状態のまま保存するために固定を行う。固定には化学物質を用いる化学固定と、凍結によって形態を生鮮に保存する物理固定とがあり、物理固定を利用した試料作製法の1つにフリーズレプリカ法がある。これは急速凍結した生物試料などを高真空中で切断し、その切断面の凹凸に白金とカーボン蒸着して陰影を付け、この蒸着膜を組織から剥（はく）離してレプリカ膜としてTEMで観察する手法である。

フリーズレプリカ法は、生物組織の研究には不可欠な手法で、特に化学固定を行わずに細胞の3次元微細構造を高分解能で観察する場合などに有効である。

FR-7000形日立フリーズレプリカ作製装置（図1）（以下、FR-7000と略す）は、フリーズレプリカ法専用の試料作製装置で、電子ビーム蒸着装置の中に凍結マイクローム機構が組み込まれた構成になっている。これにより凍結試料をメタルナイフにより切断するのではなく、冷却ガラスナイフを用いてミクロン単位で連続的に切削することが可能になった。

以下、FR-7000の概要と応用例について紹介する。

2. フリーズレプリカ法

フリーズレプリカ法の一般的な手順を図2に示す。フリーズレプリカ法は、凍結することで本来の形態を保存した生物試料などを凍結状態のまま高真空中で切断し、その断面に蒸着膜を形成し、この蒸着膜を試料から分離し、複製薄膜（試料の表面形態を転写した薄い膜）として観察する方法である。この複製薄膜は、レプリカ膜あるいは単にレプリカとよばれている。

常温ではレプリカがつくれない物質、たとえば生物体の組織をはじめ液体中に浮遊する物質、氷のような常温では存在しにくい物質などについて有効である。

フリーズレプリカ法は、事前に化学固定してグリセリンなど氷晶防止剤に浸漬した試料を用い、切断面にそのまま蒸着を行うフリーズフラクチャー法と、化学固定剤をいっさい使用せずに急速凍結した試料を用い、切断面から氷を昇華させて（エッチング）、それまで氷中に埋まっていた構造を露出させてから蒸着を行うフリーズエッチング法とがある。

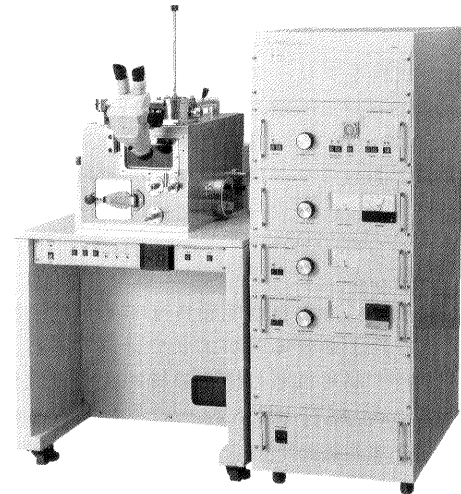


図1 FR-7000形日立フリーズレプリカ作製装置

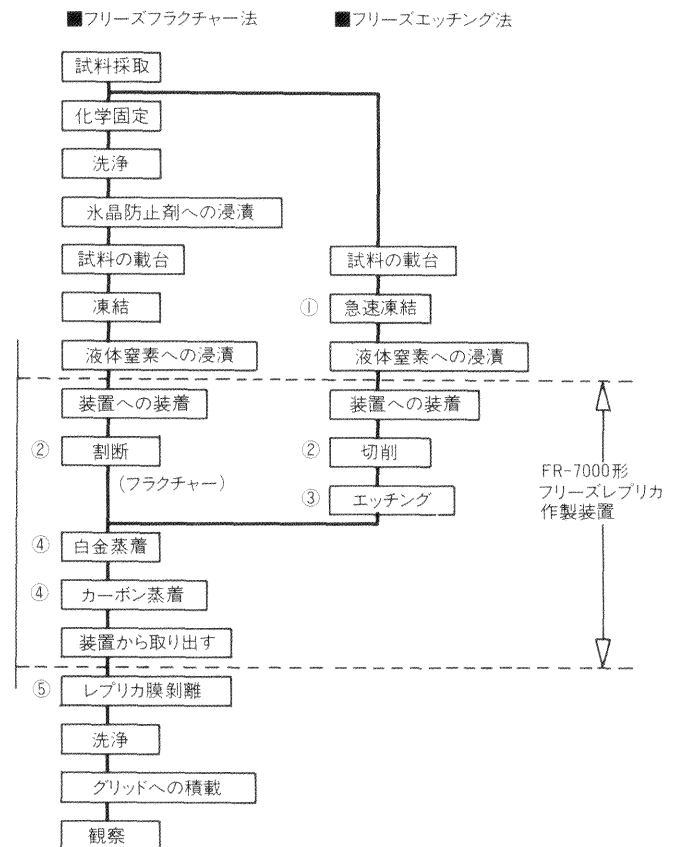


図2 フリーズレプリカ法（一般的な手順）

* (株)日立サイエンスシステムズ 第1設計部

① 急速凍結

主に未固定の生物試料を液体ヘリウム（ -269°C ）で急速に凍結する（ $-10^4^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 以上）。冷却速度が遅いと細胞内の水がガラス化状態の水になれず氷晶を形成して細胞の構造を破壊してしまう。

液体ヘリウムによって冷却されている純銅ブロックに試料を落下し圧着させる。氷晶によって損傷されない凍結のよい部分は圧着面から20 μm 程度である。

② 割断（フラクチャー）、切削

凍結させた試料をフリーズレプリカ装置の冷却試料台に取り付け、冷却ナイフで凍結のよい部分を割断する。FR-7000では、冷却ガラスナイフ（ -150°C 以下）を用いた凍結ミクロトーム機構によってミクロン単位での連続切削が可能である。

③ エッチング

割断面から液体成分を真空乾燥させて、細胞小器官の表面や細胞骨格を浮上させるのがエッチングである。エッチングしない試料ではそれらの構造は細胞質液体成分の水の海に埋まっている。試料温度を約 -90°C に上昇させて水を真空中に昇華させる。

④ 白金蒸着 カarbon蒸着

割断面に白金を蒸着する。蒸着源を試料面に対して低角度（ $10^{\circ}\sim 45^{\circ}$ 程度）に置き2~5 nmの厚さに蒸着する。このとき必要に応じて試料台を回転させる。この不連続な白金蒸着膜を補強して鋳型にするために、引き続き試料の真上から（ 90° ）カーボン7~10 nm回転蒸着する。

⑤ レプリカ膜剥離

試料が一般動物組織や細胞の場合、溶解剤には普通、市販の漂白剤（次亜塩素酸ナトリウム）を使用する。試料を完全に溶かしさったらレプリカを蒸留水で数回洗浄後グリッドに拾い、TEMで観察する。

3. FR-7000の特長

FR-7000は、薄切ミクロトーム機構、試料上下軸（試料台）/ナイフステージの冷却（ $\sim -150^{\circ}\text{C}$ ）機構、エッチングのための試料ステージ温度制御、白金やカーボンの電子ビーム蒸着源、回転蒸着のための試料回転機構などをすべて高真空チャンバーの中に設置した。これにより凍結試料の切削がミクロン単位で連続的に行え、切削⇒エッチング⇒白金蒸着⇒カーボン蒸着の一連の操作が同一チャンバー内で能率的に処理できる装置となっている。

3.1 特長

(1) 同一の高真空チャンバー内でレプリカを作製

切削からエッチング、蒸着まで同一の真空チャンバー内で行うことで、高分解能レプリカが能率的に作製できる。

(2) 冷却ガラスナイフ（ -150°C 以下）により切削

観察しながら操作できるミクロトーム機能を高真空中に冷却設置しており、ミクロン単位での切削が連続的に行え、目的とする場所を正確に切り出すことができる。

(3) ターボ分子ポンプ採用

クリーンな高真空中でエッチング、蒸着を行い、良質なレプリカを得ることができる。

(4) 電子ビーム蒸着源採用

$0\sim 60^{\circ}$ 蒸着角度可変の白金用蒸着源と 90° 固定のカーボン用蒸着源を装備し、白金、カーボンを連続して正確に試料面に蒸着できる。

3.2 主な仕様

排 気 系	ターボ分子ポンプによる排気 ターボ分子ポンプ (300 ℓ/s) ロータリーポンプ (160 ℓ/min) × 2
チャンバー真空度	$5 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 以下 *1
液体窒素容器	1,500 m^3
ナイフステージ温度	-150°C 以下
試料台温度	$-80^{\circ}\text{C} \sim -130^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 自動制御
試料回転	60rpm
ナイフ位置操作	X, Y, Rotation
ミクロトーム機能	最小送り目盛0.5 μm (連続切削可) *2
蒸着角度	白金 $0\sim 60^{\circ}$ 、カーボン 90° *3
蒸着	電子ビーム蒸着 (白金、カーボン) *4
試料交換	エアロック方式
ナイフ交換	エアロック方式

*1 真空度は、蒸着粒子を小さくするため $\sim 10^{-5} \text{Pa}$ 以上の排気性能が必要。

*2 精度の高い刃送り機構を備える。

*3 レプリカ膜の金属材料としては、粒状性、膜の強度、電子線コントラスト、蒸着の容易性などから白金を用いる。さらに膜の壊れと電子線に対する強度を高めるためにカーボンを蒸着する。白金の蒸着は、試料面から任意の角度（ $0\sim 60^{\circ}$ ）、カーボンは 90° からの回転蒸着を行う。

*4 蒸着には、抵抗加熱方式と電子ビーム蒸着方式があるが、電子ビーム蒸着の方が蒸着時間の調整が容易である。

4. 装置の概要

4.1 本体部（真空排気台）

チャンバーを排気する主排気系、試料・ナイフ交換室を排気する予備排気系、これら排気系の制御回路などが内蔵されている。排気系統図を図3に示す。フリーズレプリカ装置の場合、試料は液体窒素によって冷却されているため、残留ガスを吸着しやすい。FR-7000はクリーンな高真空を得るため、ターボ分子ポンプの主排気系を採用した。フォアライントラップは、チャンバー、試料・ナイフ交換室やターボ分子ポンプから水蒸気を除いて清浄な真空に保つ働きと、ロータリーポンプからの油蒸気の汚染防止の効果がある。

4.2 制御電源部

電子ビーム蒸着源の制御（蒸着源の選択Pt/C、フィラメント電流、印加高電圧、エミッション電流）、試料回転（ON/OFF、正転/逆転）、チャンバー内の照明、試料の温度制御（ $-80^{\circ}\text{C} \sim -130^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 自動制御）、ガラスナイフの温度表示（ -150°C 以下）を行う。制御電源部は機能別にユニット化されている。

4.3 チャンバー部

液体窒素で冷却された試料およびガラスナイフは、チャンバー上部に設けられた試料・ナイフ交換室（エアロック

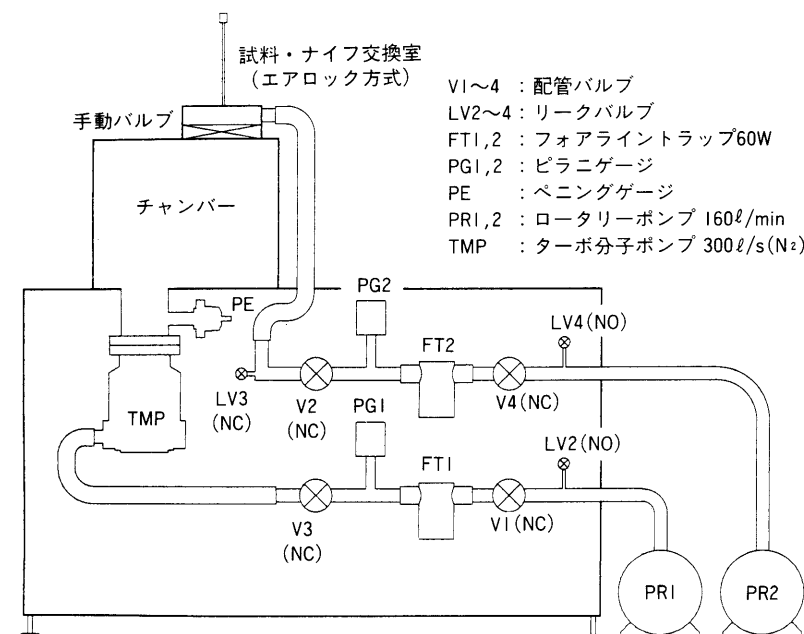


図3 排気系統図

方式)を介してチャンバーの真空を破ることなく脱着することができる。凍結試料を取り付ける試料上下軸の先端部(試料台)や冷却ガラスナイフを取り付けるナイフステージは、チャンバーふたについている液体窒素トラップよりあらかじめ伝導で冷やされているので、試料およびナイフは冷却されたまま支持されることになる。またこの液体窒素トラップを使用することで到達真空度 8×10^{-6} Paを得ている(カタログ仕様は試料室真空度 5×10^{-5} Pa以下)。

チャンバー右側にある試料上下ハンドルを回し、凍結試料を切削する。このとき、ナイフステージはX、Y、R方向に位置調整できる。特にY方向調整は重要で、最小送り目盛 $0.5 \mu\text{m}$ で送ることで、試料をミクロンオーダーで連続切削することができる。ナイフステージには6 mm厚のガラスナイフが2枚装着でき、X方向を調整し必要に応じて2枚のナイフを使い分けることができる。

切削の状態は、ズーム式実体顕微鏡で観察できる。切削後、エッチングを行う場合のために試料上下軸の先端部にはヒーターが巻いてあり、これにより $\pm 1^\circ\text{C}$ の精度で温度制御が行える。

電子ビーム蒸着源は、白金用とカーボン用の各1個ずつあり、カーボン用は試料前方(90°)に固定、白金用は試料面に対して $0 \sim 60^\circ$ の範囲で蒸着角度が任意に設定できる。回転蒸着を行うためのモーターは、チャンバー後方に設置されており、必要に応じて使用する。

5. 電子ビーム蒸着源

FR-7000は切削、エッチングした試料に蒸着するために白金用とカーボン用の電子ビーム蒸着源を各1個持っている(蒸着源の構造は、2個とも同一構造)。

電子ビーム蒸着の原理を図4に示す。カーボン蒸着の場合は市販の真空蒸着用カーボン棒 $\phi 3 \text{ mm}$ を、白金蒸着の場合はカーボン棒の先端に白金チップを埋め込んだものを①蒸着材料として電子ビーム蒸着源にセットする。 $10^{-2} \sim 10^{-5}$

Paの真空中で①蒸着材料に $-2 \sim -3 \text{ kV}$ の高電圧を印加する。リング状の③フィラメント(タングステン線)に $10 \sim 20 \text{ A}$ の電流を流すことで熱電子が放出され、①蒸着材料の先端に集中しその部分の温度を上昇させる。①蒸着材料の先端部分の温度が溶解点に達すれば材料の蒸発が始まり、蒸着源の前方に位置する⑥試料に蒸着される。溶解点はカーボンが約 $3,550^\circ\text{C}$ 以上、白金は $1,773^\circ\text{C}$ である。このとき、荷電粒子は⑤ディフレクターにより軌道が曲げられ、中性粒子だけで蒸着が行われる。中性粒子だけで蒸着を行うのは、レプリカ採取のとき、レプリカ膜を試料から剥(は)がしやすくするためである。

電子ビーム蒸着源は1体で着脱できる構造とし、蒸着材料の交換などをやりやすい構造とした。蒸着条件としては、白金/カーボンとも $2.2 \sim 3.0 \text{ kV}$ 、 80 mA で $10 \sim 20$ 秒くらいである。シャドウイング角度としては $0 \sim 60^\circ$ を可能とした(白金蒸着)。

蒸着材料の交換なしに使用できる回数はカーボンが約20回、白金が約15回で、朝セッティングすればだいたいその日は交換しないで使用できる回数である。

6. 応用例

生物試料を凍結し高真空中で切断すると、物理的にもっとも弱い部分(生体膜脂質2重層の疎水部)で割れる。細胞膜は膜の中央で2枚の半膜に裂け、膜内の蛋白(たんぱく)質が小さい膜内粒子として露出する。得られたレプリカ膜にはさまざまな単位膜の膜面が見られ、その膜面には膜内の蛋白質や単位膜構造からなる細胞内器官の立体構造などが観察できる。

このような特長から、フリーズフラクチャー法は、細胞、とくに膜系の微細構造の解析ならびにその立体的構築の把握にもっとも適した観察方法で、医学・生物学の分野で広く用いられている。

図5 カエル網膜のフリーズエッチング像：

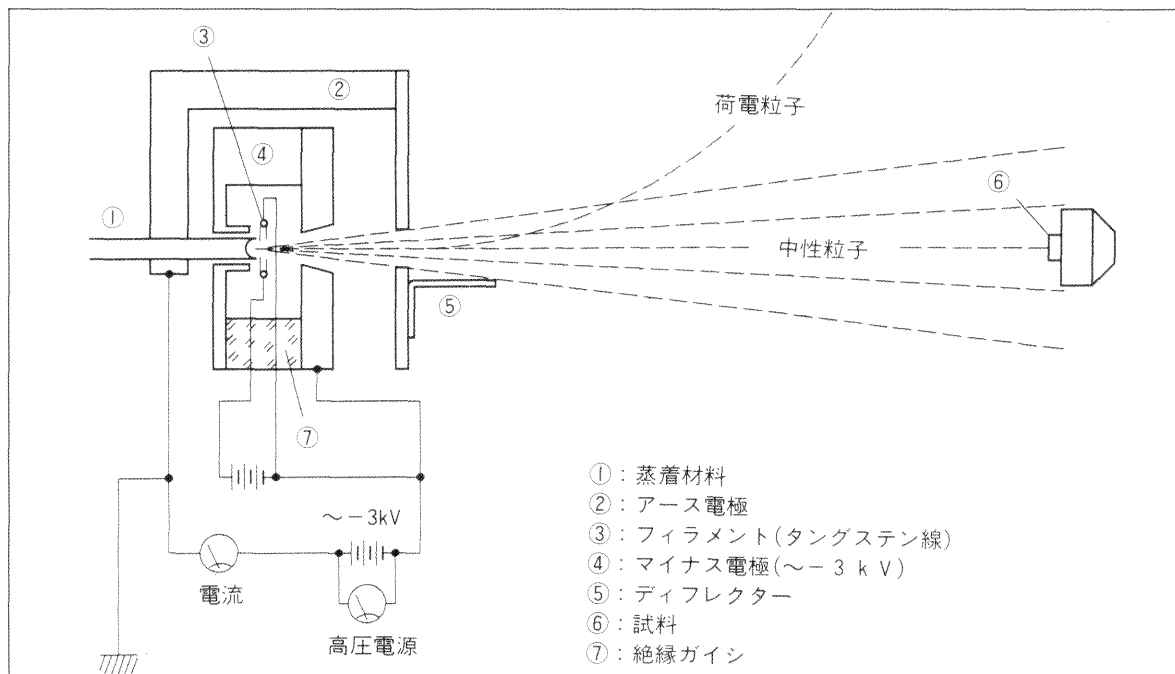


図4 電子ビーム蒸着の原理

図5 カエル網膜のフリーズエッチング像：

視細胞外節（ROS）の間を埋める細胞間物質が繊維状の網膜構造を示している。

4.0 k $\times$

図6 カエル網膜視細胞杆体外節のフリーズエッチング像：

P面に観察される大部分の粒子は視物質、ロドプシンと思われる。また、円板膜の堆積により外節が形成されていることが容易に確認できる。

30 k $\times$

図7 カエル縫工筋のフリーズエッチング像：

アクチンやミオシン細糸の立体的な走向だけでなく、Z板の立体構造も観察される。

12 k $\times$

図8 マウス肝臓のフリーズフラクチャー像：

2.5%グルタルアルデヒドで2時間固定、30%グリセリン処理、エッチングなし、ギャップ結合、P面上で膜内粒子の集合が見られる。

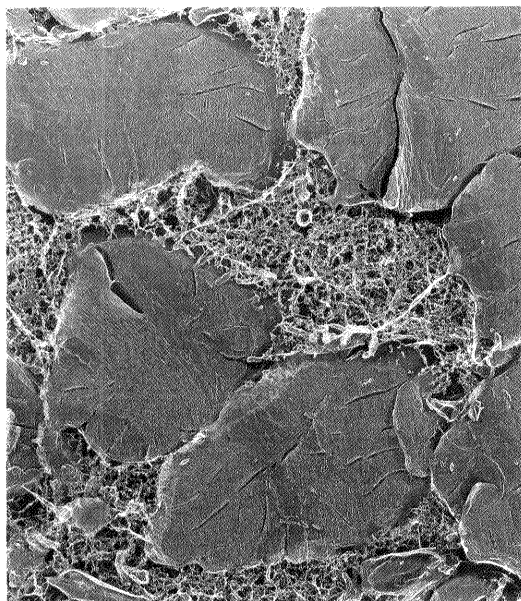
80 k $\times$ 

図5 カエル網膜のフリーズエッチング像
(写真提供：名古屋大学医学部 臼倉治郎先生)

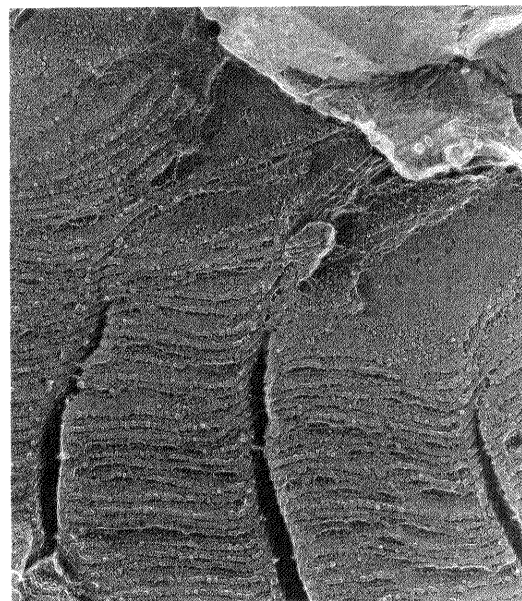


図6 カエル網膜視細胞杆体外節のフリーズエッチング像
(写真提供：名古屋大学医学部 臼倉治郎先生)

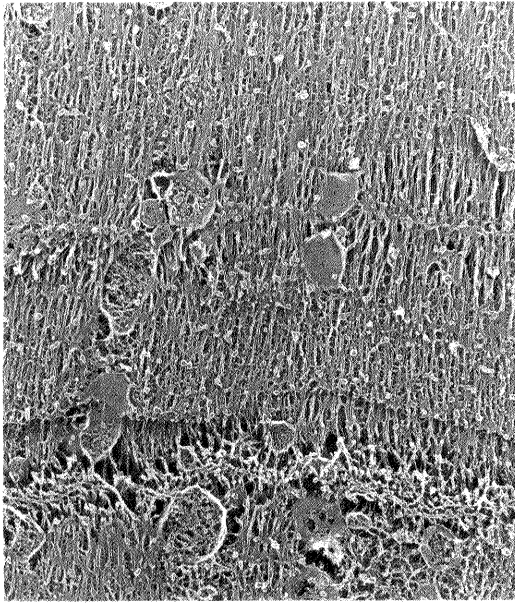


図7 カエル縫工筋のフリーズエッチング像
(写真提供：名古屋大学医学部 臼倉治郎先生)

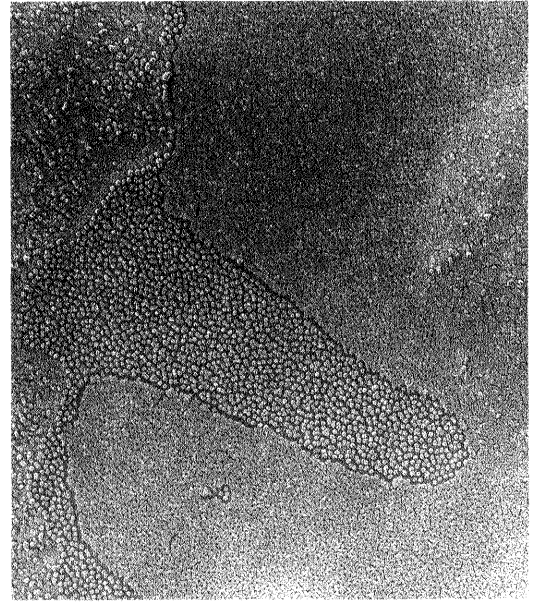


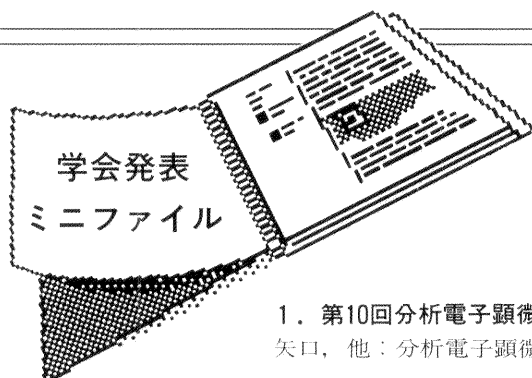
図8 マウス肝臓のフリーズフラクチャー像
(写真提供：京都大学医学部 藤本和先生)

7. おわりに

フリーズレプリカ法は凍結固定を利用した手法で、試料が化学的処理を受けないため、化学薬品の細胞内浸透や反応による細胞形態の変形・破壊などの人工産物を避けるためには定評ある方法である。フリーズレプリカ法は新しい方法ではないが、分子細胞生物学、構造生物学の重要な形態学的方法として将来にわたり使用される方法である。また、医生物解剖分野以外にも高分子分野や塗料メーカーなどへの展開も考えられる。

FR-7000は高分解能レプリカが効率よく作製できる装置であり、今後、TEMの試料前処理作製装置として幅広く活用されることを期待する。

最後に、FR-7000の設計および評価にご協力いただいた名古屋大学医学部 臼倉治郎先生、工学博士 赤堀宏氏、ならびに貴重な写真をご提供いただいた京都大学医学部 藤本和先生に厚くお礼申し上げます。



1. 第10回分析電子顕微鏡討論会 (1994.9.6~7, 工学院大学)

矢口, 他: 分析電子顕微鏡による材料合成とその分析に関する検討

高分解能電子顕微鏡の試料予備排気室でWとSiの混合粉末を高温下で反応させSi-W-O系ウィスカを合成することに成功した。高分解能観察によって得られた結晶構造から推測したウィスカの組成はEDX分析結果とよく一致した。



図1 シリコンタングステンオキサイド (Si-W-O) 系ウィスカの低倍率TEM像

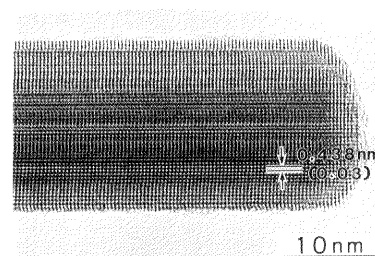


図2 高分解能像観察例

植木, 他: FE-TEMによるナノ領域組成像

冷陰極電界放出形電子銃が分析電子顕微鏡に採用されたことにより1 nm以下の空間分解能で局所組成が容易に分析できるようになった。エネルギー分散形検出器と高角度アニュラー暗視野検出器を用い、Al合金薄膜におけるCu析出層の分布状態を鮮明にとらえた。

坪井, 他: TEM, SEM共用形FIB装置とその応用

村越, 他: 300 kV FE-TEMの材料分野への応用

木本, 他: 熱処理したステンレス鋼の元素分布像観察

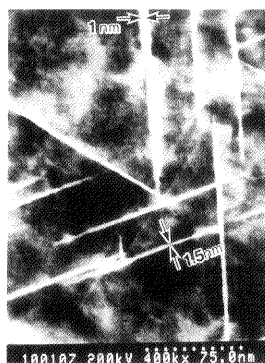


図3 Al合金のHAADF像

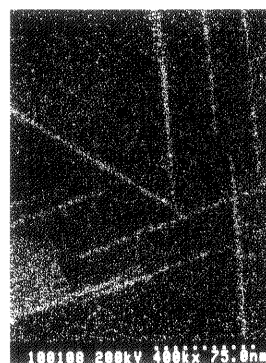


図4 Al合金のEDXマッピング像

2. 日本分析化学会第43年会 (1994.10.13~15, 九州大学)

甲田, 他: 4液グラジェントHPLCによる生体液アミノ酸分析

生体液アミノ酸の分析には5種類の溶液が必要であり、汎用HPLCでは対応できないとされていた。L-7100形のグラジェント機能を活用すれば混合によって中間的な組成を作り出すことができることに着目して生体アミノ酸40成分の一斉分析を試み、好結果を得た。

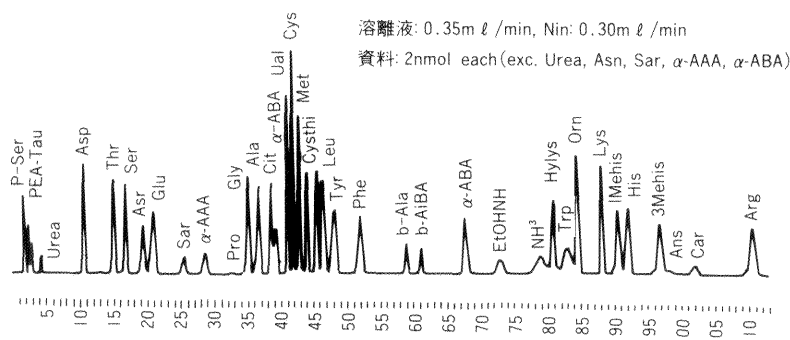


図5 生体液アミノ酸標準試料の分析例

白崎, 他: MIP-MSによるセレンの同位体希釈分析

窒素プラズマであるためセレン分析における質量数干渉がない。実試料を同位体分析するにあたり、ナトリウム、カリウムなど共存物による影響を調べた。各種の海洋生物標準物質を分析し良い一致が見られた。

平野, 他: マトリックスモディファイヤを用いた高温原子吸光法における灰化温度と合金相の関係

松井, 他: 水質分析に適したICP発光分析装置P-4000形と新水質基準への適用例

表1 海洋生物標準試料中のSeの分析結果

試料	分析値	保証値
NRCC TORT-1	6.66±0.21	6.88±0.47
NRCC DOLT-1	7.65	7.34±0.42
NRCC DORM-1	1.67	1.62±0.12
IAEF FISH	1.48±0.01	1.35~1.70
NIES MUSSEL	1.64	(1.5)参照値

unit: μg/g

3. 第21回FIA研究懇談会(1994.9.2, 日立製作所)

山本, 他: シングルショットFIAによる接触反応の検討

接触反応分析法は極めて高感度であるが、試薬添加量と反応時間の厳密なコントロールが前提となる。測定精度を高めるためFIA法による自動化を試みた。環境物質中の100 ng/ℓレベルのパナジウムを濃縮操作なしで測定することができた。

中山, 他: シングルショットFIA法による原子吸光光度法への応用

岩村, 他: シングルショットFIA法による硝酸性窒素および亜硝酸性窒素測定の見討

4. 分析機器と解析システムに関する東京討論会(1994.10.5~6, 幕張メッセ)

藤井, 他: 5液混合グラジエント溶離法による生体液アミノ酸の高分離・高速分析

岩淵, 他: 液体クロマトグラフ用分析支援システムの開発

クロマトの分離には溶離液濃度やカラムの種類など多くの条件が関与する。各種成分について条件を変えて測定したりテンションタイムをインプットしたデータベースを構築し複合成分のクロマトグラムをシミュレーションするというシステムを開発した。予測したクロマトと実測データは良く一致することが確かめられた。

伊藤, 他: プレカラム誘導体化反応HPLCを用いたカテコールアミンの高感度高速分析

高木, 他: セミマイクロLC分析の高感度化と医薬品への適用

網, 他: GC用大口径金属カラムを用いた強極性試料の分析

江島, 他: 無電極放電管によるAs, Seの高感度原子吸光分析

中山, 他: グラファイト炉原子吸光法による水道水中の多元素の連続測定

大和田, 他: 40 MHz ICPを用いた環境水中溶媒抽出発光分析

原田, 他: HPLC用データ処理装置におけるGLP, GMP対応

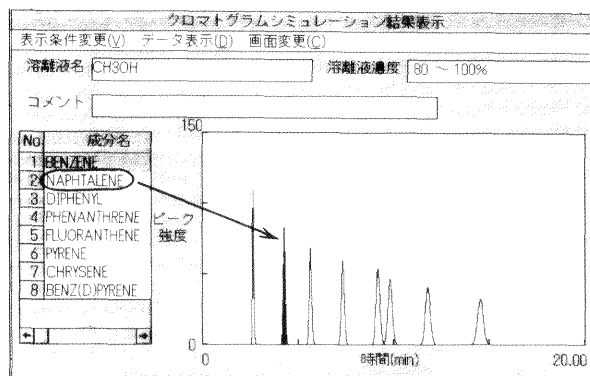


図6 シミュレーション結果の1例

ISO認証取得について

ISO Certification

七字 邦夫*

(平成7年1月7日受理)

1. はじめに

ECでの経済統合に先駆けること数年前の1987年、イギリスでISO9000シリーズが採択された。世界中で多くの会社が、ISO9000シリーズを自社の品質システムに導入し、製品の品質保証、製品安全 (Product Safety) と製造物責任 (Product Liability) を明確にするようになってきた。このシリーズは、メーカーが規格に従って構築した品質システムを、顧客の立場からそのメーカーの品質保証・管理体制について、国から認定された機関の審査を受けて客観的に証明することを要求している。

(株)日立製作所計測器事業部では、ISOの国際標準に合った製品を生産していることを内外に宣言するため認証取得に向けて1992年11月にISO推進プロジェクトを発足、ISO9001の規格に適合させる作業を開始した。主な作業は、規格に適合した品質マニュアルの作成、規則・規格の見直しと制定、品質文書・品質記録の管理・維持、内部監査による不適切なシステムの是正など、全従業員が一丸となって推進した。

その結果、当事業部が開発、設計、製造、検査、出荷、据え付けおよび付帯サービスを行う全製品の品質システムについて、1994年4月1日ドイツの審査機関TÜV Rheinlandの審査に合格、4月25日ドイツの認証機関TÜV CERTより認証書が発行された。

2. ISOの背景とISO9000シリーズの紹介

2.1 ISOの背景

ISOとはInternational Organization for Standardizationの略語で、国際標準化機構が日本での正式名。物を作るために各国がバラバラな単位や基準を用いていたのでは、物に互換性がなく流通経済の効率も低下し貿易の大きな障害となるため、ISOが設立されてさまざまな産業分野での標準化が進められてきた。我々が使用しているSI単位 (メートル、グラム、秒など) もISOで制定されたものである。

注：ISOの本部はスイスのジュネーブにあり1946年設立、日本は1952年加盟。現在の加盟国は96か国。

2.2 ISOシリーズの紹介

1970年代後半になるとイギリスでは、外国から十分な品質保証の明示のない低価格品に対抗できず、自国製品の競争力が低下し始めた。この対抗策として品質を保証する規格であるBS5750シリーズを制定して、1984年から審査、登録の制度を発足させ政府調達物資から実施した。

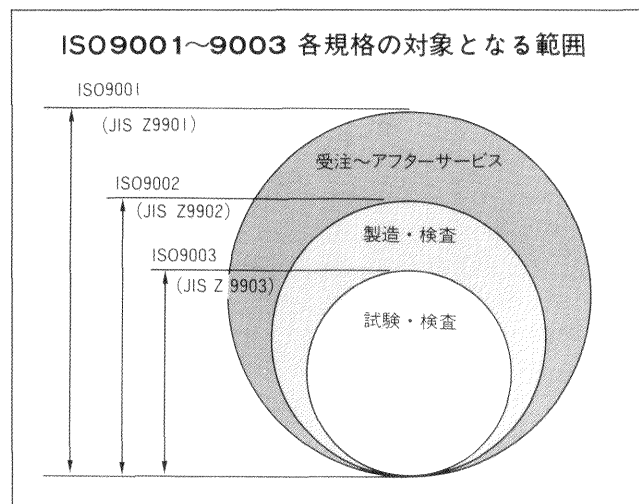


図1 ISO9001～9003各規格の対象となる範囲

1987年、ISO/TC176委員会で審議され、その年の10月にISO9000シリーズとして制定、日本は1991年10月にJIS Z9900シリーズとして制定された。

ISO9000シリーズは下記の内容のように9000, 9001, 9002, 9003, 9004で構成され、図1にその範囲を表した。() はJIS規格。

- ISO9000 (JIS Z9900) : 品質管理と品質保証のための規格で、選択と使用のガイドライン。
- ISO9001 (JIS Z9901) : 品質システムの設計/開発、製造、検査、据え付けおよびアフターサービスにおける品質保証モデル。
- ISO9002 (JIS Z9902) : 品質システムの製造、検査、据え付けにおける品質保証モデル。(設計、アフターサービスを除いたもの)
- ISO9003 (JIS Z9903) : 品質システムの最終検査および試験における品質保証モデル。
- ISO9004 (JIS Z9904) : 品質管理、品質システム要求のガイドライン。品質管理の推奨事項で技術的、管理的、人的要因の指針。

用語解説 (ISO8402による)

品質 : 製品またはサービスが明示してある仕様を満たす能力。

* (株)日立製作所計測器事業部 ISO推進プロジェクト

品質保証：お客さまに信頼感を与えるために必要なすべての活動。

品質システム：品質要求を満たすために実施する組織の構造、責任、手順、工程および経営資源。

2.3 その他長

①文書化と承認：

作業は品質マニュアル、規則・規格・規準、手順書・指導書により実行、また実行後の結果も記録を採り責任者の承認を得る。このシステムは企業の購買方針に一致する。

②広範・公平性：

個々の製品が認証の対象でなく、製品を作り出す品質システムを第3者の機関がISO9001の要求事項に従って審査、承認する。

③審査と認証：

審査機関（認定を受けた機関ならどの国の機関でもよい）の審査を受けて合格すると認証書が発行される。審査機関は毎年の定期審査および3年ごとの再審査で品質システムをメーカーに維持させる。

3. ISO9001による計測器事業部の品質システム

3.1 品質システム

規格の要求事項の第一は、経営者の責任において掲げた品質方針を達成するため、9001の規格に従って品質システムを文書化したマニュアルを作成し、全従業員に理解され、実施されなければならない。当事業部の品質システムの体系は図2のように表すことができる。

3.2 各部門の対応

設計部門：製品開発の管理と進展に応じた開発計画の更新、デザインレビューの実施により新製品の適正を評価する。カタログ、営業技術資料、納入仕様書の仕様を図面、設計仕様書、ソフトウェアに反映。設計資料の最新版管理。

製造部門：規格、図面、設計仕様書、作業指導書に基づいた作業。治工具・計測器の管理および定期

的校正。使用設備の日常点検。そして作業種に応じた資格認定も重要。

QA部門：製品の出荷判定の権限を持つ。テストレビューによる認定試験、検査仕様に基づく合格・不合格の判定。計測器の校正は国家標準へのトレーサビリティを明確に。検査員の資格・認定も重要。

資材部門：購入先および下請負会社の選定、審査、評価。

技術部門：顧客とのインタフェースとして重要で受注仕様との相違点が生じたときの窓口。受注伝票のチェックおよび納期の確認。

全部門：作業のすべては規準化し、必ず責任者の承認を得る。品質文書、品質記録の管理・維持。新人も含め全員の教育・訓練。

品質文書：管理・維持のため、作成者、審査者、承認者、発行日、改定の内容・来歴、ページ、書類番号、配布先と授受管理も重要。

品質記録：製品の品質にかかわる記録は、一定期間保存・保管をする。PL法への対応のため、保管期限は製品のライフサイクルに合わせる。

教育訓練：新人、技能者、技術者、管理者への教育の計画と実施。また、教材を作成した場合その管理・維持（内容の改訂管理）。

4. 認証取得目的と認証機関

4.1 取得目的

1991年ごろヨーロッパの代理店を通して要求してきたのが最初で、輸出関連製品の設計部門が中心になって準備を始め、その後認証取得推進のプロジェクトを発足した。認証取得の主目的は以下の3点に絞ることができる。

①市場要求：

EU（欧州連合）市場での規制化（CEマーキング、GSサイン、PS & PLなど）と共に、取得会社が増えるにしたがって企業の製品購入の条件となりつつある。

②品質保証：

ISOの国際規格を通して、当事業部の品質保証に対する積極的姿勢を明確にする。

③体制強化：

ISO9001の品質システム導入を機会に、当事業部全体の規則、規格、規準を見直して統一した管理、維持を確立する。

4.2 認証機関

認証取得に際し審査機関の選択が重要で、国内では日本品質保証機構（JQA）、ロイドレジスター（LRQA）、英国標準化機構（BSi）、デット・ノルスケ・ベリタス（DNV）、ラインランド技検（TÜV）などあったが、下記の理由によりTÜV（Technischer Überwachungs-Verein 和訳：技術検査協会）に決定した。

①当事業部の製品は輸出比率が高いため国際的に知名度ある機関。

②ヨーロッパの代理店の賛同。

③GSサイン、製品安全などの試験による従来からの信頼関係。

TÜVはドイツ政府公認の品質保証体制の中心となる専門

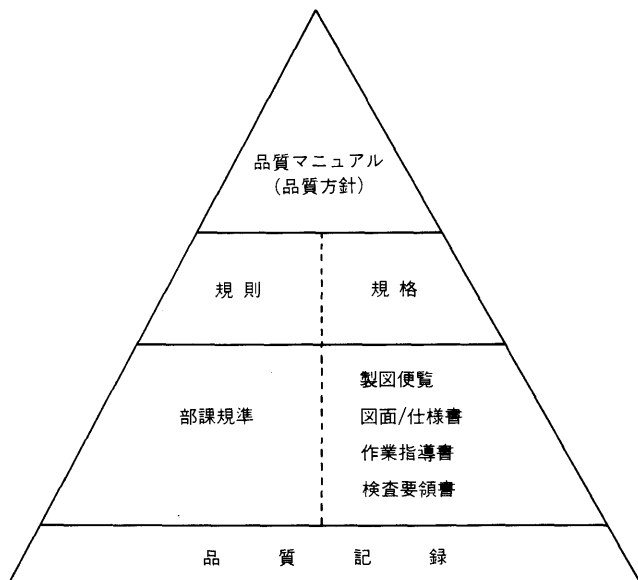


図2 品質システム

家機関で、独立した11社の組織で構成され、当事業部を審査、認証したTÜV Rheinland, TÜV CERTはこの組織の一翼で、下記のように長い歴史と伝統、実績を誇っています。

TÜV Rheinland: 125年の歴史を持つドイツ最大の審査機関で、製品安全試験・検査の分野で実績を持つ安全検査協会。

TÜV CERT: ドイツ認定協議会 (DAR) によって認められ、またEC指令によっても正式に公示された認証機関。

写真1は認証書の授与式で、平成6年5月、審査をしたTÜVの主任審査官であるロレンツォーニ氏から、福田事業部長に手渡されました。写真2はISO9001の認証書です。

5. おわりに

国内でISO9000シリーズの認証を取得した企業は、1994年11月現在1,100社である。当事業部はISO9001の認定合格を、ゴールではなく新たな出発点として、引き続き認証に恥じない品質保証体制の維持向上に努める。そして当事業部の品質方針である、お客さまから信頼と満足を得られる製品とシステムを提供することを実践していく。



写真1 認証書の授与式



写真2 ISO9001 認証書

Topics

クロマトグラフィー 国際シンポジウム 開催

1月23日～25日にわたり、バシフィコ横浜においてクロマトグラフィー国際シンポジウムが開かれた。主催の『液体クロマトグラフィー研究懇談会』は創立35周年を迎え、学会も100回を記念するに至った。今回の国際シンポジウ

ムはそれを記念して開催されたものである。

参加者は日本人約120名、外国人約50名であった。登録された発表総数は111件であり、次の討論セッションにわかれて熱心な討論が展開された。

- 1『オープニング』 (概論)
- 2『分離科学における計算科学』
- 3『臨床超微量分析による診断』
- 4『充填(てん) 剤とキャピラリカラムの進展』
- 5『生物工学、炭水化物、蛋白質およびペプチド、核酸、脂質における分析法』
- 6『電気泳動とその応用』
- 7『薬学、環境、食品および工業分析のQ&A』
- 8『固定相』

- 9『分子認識に基づく分析法の進展』
- 10『最適化』
- 11『装置の進歩』

日立からは『最適化』セッションに『HPLC用分析支援エキスパートシステム』と『LC/API-MSの応用と進展』の2件のポスター発表を行った。『エキスパートシステム』では時間のかかるHPLC分析条件の最適化がコンピュータの利用により、大幅な時間削減ができることを示したところ、おおいに反響があった。『LC/API-MS』も外国人をはじめ多くの人がつめかけ注目された。

また、18件の企業展示があり日立グループからは日製産業が展示を行った。

(吉田慎 記)

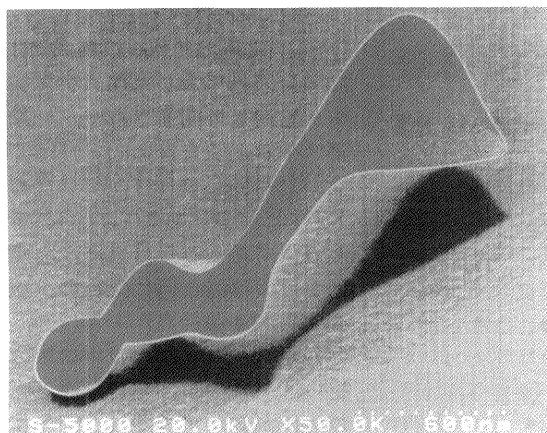
ナノ・アート

電子顕微鏡写真にコンピュータで色をつけることにより、極微の世界が、見事な芸術作品となります。以下の写真は、日立計測エンジニアリングの技術者が作製し、日本電子顕微鏡学会第49回・第50回学術講演会の写真コンクールに出展し、入賞した作品の一例です。

1. ナノアート（光と影）〈入賞作品〉

まるで、ピカソ、マチスの作品を連想させる幻想的な世界が、SEMのカラー化により実現されました。実は、この正体はフィルム上に付着していたゴミで、本来ならば厄介ものとして闇に消される運命でした。しかし、カラーSEM像がこのゴミをナノ・アートとして見事によみがえらせました。

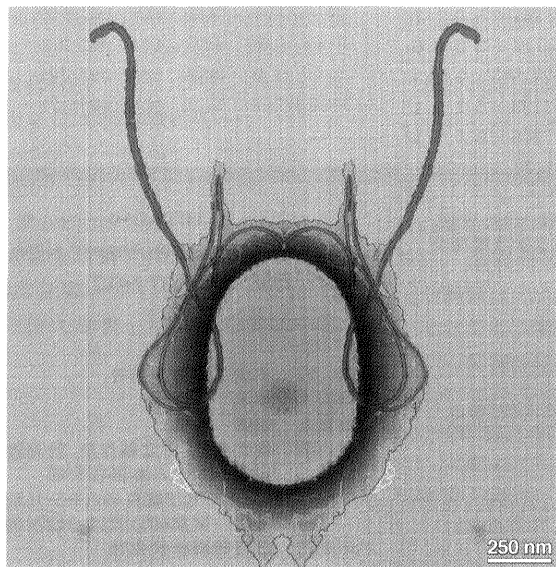
使用装置：S-5000 加速電圧：20 kV 撮影倍率：5万倍



2. 能面 〈入賞作品〉

躍動する能の舞を彷彿とさせるこの像は、バクテリアのTEM像とそのミラー像を画像処理により重ね合わせたものです。この能面の中をじっと見つめると、今のあなたの精神状態を反映した顔が浮かんできます。さて、あなたにはどんな顔が見えてきましたか？

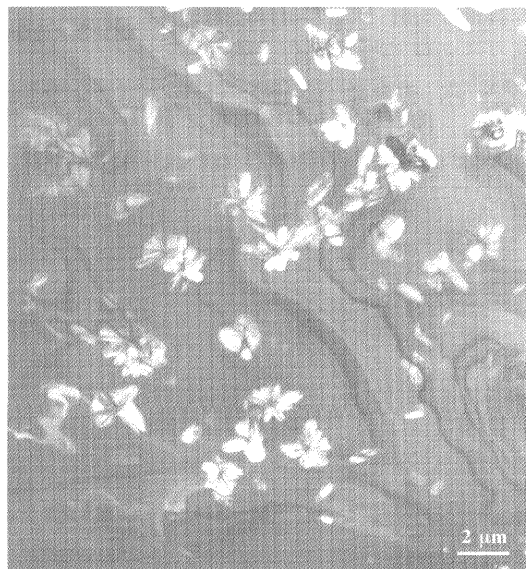
使用装置：H-8100 加速電圧：100 kV



3. 桜花清流 〈入賞作品〉

清らかな流れに漂う美しい花びら……。実は花びらのように見えるのはアモルファスシリコンが一部結晶化したもので、その大きさや分布状態は材料の特性を決める重要な要素となっていますが、それはまた夢のような日本の美を構築しています。

使用装置：H-9000 NAR 加速電圧：300 kV 撮影倍率：2,500倍

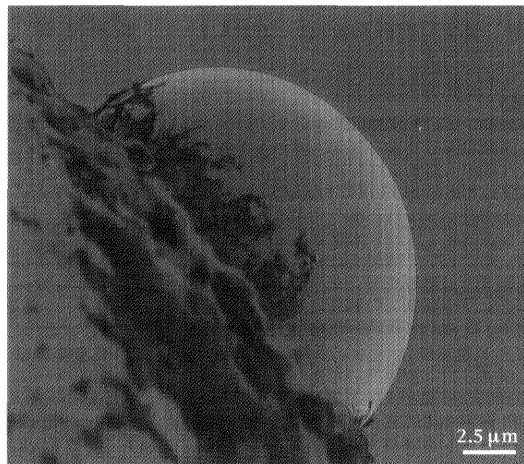


4. Gold Moon 〈入賞作品〉

山影から満月。おとぎの世界のようなこの像は、SEMの試料室の中で金箔を約1,000℃に加熱することにより観察されたものです。高温で液化した金の表面は、表面張力によりこのような美しい満月の姿になりました。

使用機種：S-5000+直接加熱方式試料ホルダ

加速電圧：15 kV 撮影倍率：4,000倍

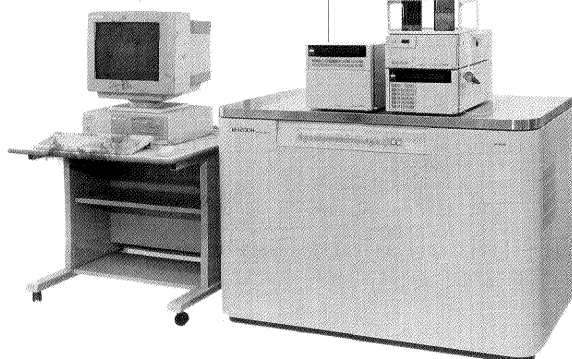


Topics

日立質量分析計2機種が、 R & D100賞受賞

米国のR & Dマガジン社主催による1994年世界最優秀製品100選「R & D100」が発表され、「日立液体クロマトグラフ/質量分析計 M-1200H形」および「日立ガスクロマトグラフ/3次元

'94年度 R & D100受賞

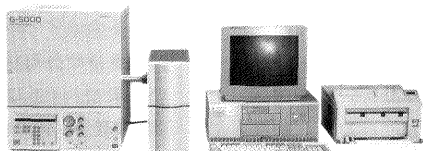


M-1200H形 LC/MSシステム

四重極質量分析計 M-7200形」に対し、同賞が授与された。

M-1200Hは独自で開発した大気圧方式の2種類のインタフェース（APCIおよびESI）を装着し、医薬品分析分野を中心に、長時間にわたる安定した高感

'94年度 R & D100受賞



GC/3次元QMSシステム

度な分析が可能という高い評価を受けている。

一方、M-7200は、米国テレダイン社との共同で開発した新しい制御技術により高度な信頼性を達成した。超高感度の3次元質量分析計である。特に微量分析が要求される水質分析の分野を中心に好評を得ている。

(望月康平 記)

日本分析化学会 第43年会開催

'94年10月13日から15日まで日本分析化学会第43年会が九州大学工学部箱崎キャンパスで開催された。一般講演、ポスター発表を合わせて630件、特別講演/記念講演、ワークショップを合わせて22件、登録人員約1,400人の参加を得て盛会であった。付設展示会は学会登録受付事務局と同じ建物のため大変多くの人が参加した。

日立グループからは中田豊哉、大竹紀夫、小宮山譲、佐竹尋志、永田昇の各氏が有功賞を受賞した。また、日立関係者からは11件の発表があった。

(神道千秋 記)

日製産業株式会社

北海道支店 電話 札幌(011)221-7241
東北支店 電話 仙台(022)264-2211
筑波支店 電話 土浦(0298)23-7391
北関東営業所 電話 大宮(048)653-2341
西関東営業所 電話 八王子(0426)43-0080
千葉営業所 電話 千葉(043)247-4151

本社 電話 東京(03)3504-7211
横浜支店 電話 横浜(045)451-5151
新潟営業所 電話 新潟(025)241-3011
北陸営業所 電話 富山(0764)24-3386
中部支店 電話 名古屋(052)583-5841
豊田営業所 電話 豊田(0565)28-5191
関西支店 電話 大阪(06)366-2551

京都営業所 電話 京都(075)241-1591
四国営業所 電話 高松(0878)62-3391
中国支店 電話 広島(082)221-4514
九州支店 電話 福岡(092)721-3501
沖縄出張所 電話 那覇(0988)78-1311

<編集後記>

- 昨今ISO9000シリーズの取得が各企業では大変大きな課題になっております。それとともに、GLP/GMPも製薬会社をはじめ多くの企業が対応しております。
- 日本分析化学会でもこれらをテーマにしたフォーラムが1995年1月18日(木)東京・市ヶ谷の日本大学会館において開催されました。
- 今回は巻頭言に日本分析センター分析部長の高田芳雄氏に「分析値の信頼性はどこまで確保できるか」と題して国際規格ISO/IECガイド25や日本工業規格(JIS)など各種基準分析法などに関連したご投稿をいただきました。
- 報文のご投稿には東洋大学工学部電気電子工学科 教授 岡本幸雄先生に「極微量元素分析のためのマイクロ波誘導大気圧プラズマの特性」と題してご執筆いただきました。

- 本ニュースに関するお問い合わせは、下記、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ー
〒312 茨城県ひたちなか市市毛882番地
電話 ひたちなか(0292)73-2111(代)
- 日製産業株式会社
科学システム販売促進部
〒105 東京都港区西新橋1-24-14
電話 東京(03)3504-7811(ダイヤルイン)
FAX (03)3504-7756

HITACHI
SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
MAR. 1995 VOL.37 NO.2

発行 平成7年3月15日
発行人 本川 忠
編集人 塚田 勝男
発行所 株式会社 日立製作所 計測器事業部
科学システム本部技術部
〒100 東京都千代田区丸の内1-5-1(新丸ビル)
電話 東京(03)3214-3122(直通)
印刷所 日立印刷株式会社