

巻頭言

次世代イノベーション：要素還元論から俯瞰統合論へ

Inspire the Future : Towards the Bird's-Eye-View Integrationism over reductionism

株式会社日立製作所
フェロー
小泉 英明



最近、海外でも国内でも「イノベーション」(Innovation)という概念が再び注目されています。この言葉は、「新しい事物の導入」という意味で15世紀に現れたようですが、経済学者のヨゼフ・シュンペーター (Joseph A. Schumpeter, 1883~1950年) が『経済発展の理論』(1912年)の中で用いてから一般化しました。そこでは「新機軸」や「技術革新」ということだけでなく、経済発展を促す「新結合」という広い意味を持った術語として使われました。米国では2004年の暮に『イノベート・アメリカ』(Innovate America: Thriving in a World of Challenges and Change)が競争力協議会から発表されました。

創業当時から種々の「イノベーション」を希求してきた日立グループは、この流れのなかで“*Innovate the Future*”(次世代イノベーションが拓く新しい世界)と題したシンポジウムを、2005年に東京ビッグサイトで開催しました。企業発行の技術専門誌として、わが国最長の歴史をもつ『日立評論』(1918年創刊)の1000号記念シンポジウムでありましたが、「イノベート・アメリカ」発表の直後であり、極めて時宜を得たものとなりました。

『日立評論』1000号記念シンポジウムの核としてお迎えしたヴェスト(Charles M. Vest)先生は、14年間の長きにわたり(1990~2004年)、米国マサチューセッツ工科大学(Massachusetts Institute of Technology: MIT)の総長を務められ、まさに「イノベート・アメリカ」の中心人物でありました¹⁾。「イノベーション」の概念は、従来の延長線上にある改良・改善ではなく、新たなパラダイムシフト(規範遷移)を伴うような本質的革新を目指そうとするものです。シュンペーターが指摘したように、それまでの常識を「破壊」し、新たな概念やシステムを創出するものです。

それでは、「選択と集中」を前提としたロードマップを造って、何を具体的に推進したらよいでしょうか。世界中で百家争鳴の議論が続いていますが、理解の温度差によって、それぞれ結論も異なっているように感じます。私自身は「次世代イノベーション」のために、以下に述べる視点が決定的に重要ではないかと思えます。まず、短期的・中長期的にも成果が社会に還元され得るという視点です。そのためには「異分野間の架橋・融合」(Trans-disciplinarity: TD「環学性」と訳すこともある)が必須であり、「脳科学」(Brain Sci-

C O N T E N T S

巻頭言

- 次世代イノベーション：要素還元論から俯瞰統合論へ

小泉英明1

報文

- 新規プロテオーム解析手法2DICALとその臨床応用

尾野雅哉 / 本田一文
下重美紀 / 山田哲司3

- ノビアスキレート樹脂を用いた尿中金属の高精度簡易測定法

圓藤陽子 / 小川真規7

解説

- 分光光度計を用いるクロマト皮膚中の6価クロムの前処理/定量法

和久井隆行 / 白崎俊浩11

- F-7000形分光蛍光光度計を用いた固体試料における蛍光量子収率測定

堀込 純 / 和久井隆行 / 白崎俊浩
江畠佳定 / 白土利喜14

学会発表ミニファイル

ASMS2007レポート20

テクニカルデータ発行ミニファイル21

液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS)アプリケーションノート

.....22

新製品紹介

- Z-2010シリーズ日立偏光ゼーマン原子吸光度計23

- コロナ吸光グレーティングマイクロプレートリーダSH-1000Lab/SH-1000 発売23

- 微量溶液反応用 マイクロチャンバーはいぶるクン23

ご挨拶24

U.D.C.616.004.14 : 543.544.062 : 544.25 : 621.384.8

新規プロテオーム解析手法2DICALとその臨床応用

New proteome platform of 2DLCAL and its clinical applications

尾野 雅哉* 本田 一文* 下重 美紀** 山田 哲司***

1. はじめに

われわれはLCMS(Liquid chromatography and mass spectrometry)で作成される膨大なピークデータを効率よく定量的に解析する手法として2DICAL(2-Dimensional Image Converted Analysis of LCMS)法を考案した。2DICAL法は複数のスペクトラムからなるLCMSデータを、各スペクトラムの相関係数からLCの時間変動を補正して、質量電荷比(m/z), 保持時間(RT)の2軸を持つ平面に描出する手法であり、これにより同一ペプチド由来のピークが、強度(Intensity)を変数に持つ m/z , RT座標に変換され、複数サンプル間での無標識定量比較を可能にした¹⁾。ここで、サンプル(S)をもうひとつの次元ととらえると、ひとつのピークは m/z , RT, Sの3次元であらわされることになり、同一 m/z のピークをRT, サンプルの2軸の平面で描出することが可能となる。この平面での描写で、多数検体間の同一ピークの定量比較が可能となり、LCMSデータでの多数検体解析が可能となった。このシステムは、大量の臨床サンプルを扱うことを目的として開発されたが、nanoLCの流速安定性の検討やMass Spectrometryの機能評価にも応用できる。前半では、2DICALの機器機能評価への応用を論じ、後半では臨床プロテオミクス解析における詳細を論じる。

2. 2DICALの機器機能評価への応用

2.1 LC時間変動の定量化

2DICAL法は複数のスペクトラムからなるLCMSデータを質量電荷比(m/z), 保持時間(RT)の2軸を持つ平面に描出し、同一ペプチド由来のピークに、強度(Intensity)を変数に持つ m/z , RT座標を与えるもの(図1)と前述したが、これを可能ならしめるには、各測定における m/z , RTの再現性が不可欠である。すでに精密質量分析器の再現性は確立されたもの

* 国立がんセンター研究所化学療法部 室長
** 国立がんセンター研究所化学療法部 研究員
*** 国立がんセンター研究所化学療法部 部長

であるが、nanoLCの保持時間の再現性は(図2左)のごとく測定ごとのバラツキが認められる。しかし、この時間変異による画像のズレは時間方向に相似形をしており、各ペクトラムの相関係数を用いた、ダイナミックプログラミングで補正することができた。この方法により時間変異が解消され、RTでの再現性が確保できた(図2右)。

さて、この方法の副産物でnanoLCの時間変動の定量化が容易に行えるようになった。NanoLCは、nL/minの流速で試料を送るため、質量分析器でのイオン化効率が良くなり、より網羅性が高く、感度の良い測定ができるが、高流量のLCに比べ時間変動が大きいとされている。しかし、実際の変動はどのようなものが明らかにされていない。われわれの行う時間補正は、ひとつのデータを標準として各測定におけるデータをスペクトラムごとに補正していくため、標準からのズレが、スペクトラムごとに時間の変異で示され



尾野 雅哉

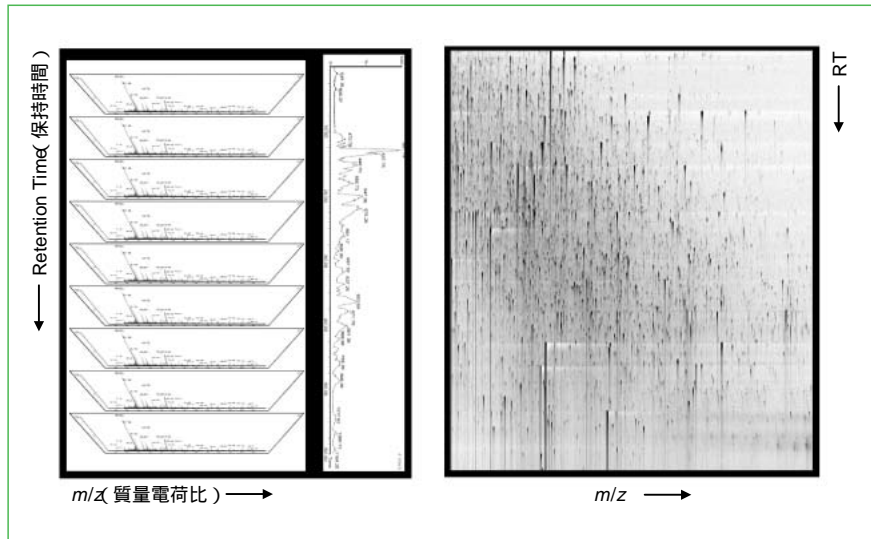


図1 2DICAL法

時間ごとに作成されるスペクトラム(図左)をつなぎあわせて質量電荷比と保持時間の2軸を座標に持つ平面に描き出す(図右)。この操作により同一ペプチド由来のピークがこの平面上で強度を変数に持つ特定の(m/z , RT)座標であらわされることになり、この座標を指標とすることにより、サンプル間における同一物質の比較が可能となった。

ence)と「分析科学」(Analytical Science)が、やがて中心的な役割を果たすようになって考えています²⁻⁶⁾。

20世紀は要素還元論が、大成功を手中にした時代でありました。その前宵として電子・原子核の発見、黎明期に量子論・相対論、そして成熟期の原子力・半導体・コンピュータの応用へと科学技術は飛躍的に進展し、材料・エネルギー・情報産業は大きな変貌を遂げました。要素還元は極めて大切ではありますが、一方で、専門分野が細分化され、縦割りとか蛸壺とか言われる状態に陥りました。それは広義のイノベーションにさまざまな限界をもたらしています。21世紀の次世代イノベーションは要素還元論を脱却し、多くの異分野の架橋・融合による新概念や新システムの創発(Emergence)がその核となって行くでしょう。そして俯瞰統合論(Bird's-Eye-View Integrationism)の色濃い時代になって行くと思われます²⁾。要素還元は誰にもできる場合が多いですが、分解された要素を再構築するためには、鳥が大空から大地を見渡すように大局を見ないと統合は困難です。

「脳科学とXYZ」(Brain-Science & XYZ)もその一つの試みで、「脳科学と教育」「脳科学と倫理」「脳科学と芸術」と進めて来ました⁷⁻¹⁰⁾。その背景には、「脳科学」が急速な発展を遂げつつあること、特に客観的な脳機能の計測が安全に、かつ自然な環境下で可能になってきた事実が欠かせません。機能的磁気共鳴描画(fMRI : functional magnetic resonance imaging)や近赤外分光(Near infrared spectroscopy : NIRS)を用いた光トポグラフィ(Optical Topography : OT)が生まれてきたのです。「吾想う。故に吾在り」と云うよく知られた言葉も、「想う」ことを司っているのはまさに私たちの脳であるわけです。私たちにとって何が本当に大切で、何が本当に必要かという俯瞰的な視点を得ることは、脳を知ること、そして精神活動を含めた脳機能を計測することなくしては難しいでしょう²⁻⁴⁾。

今年(2007年)の2月に公表された米国の国立標準技術研究所(National Institute of Standards Technology : NIST)の膨大な報告書(An Assessment of the United States Measurement System : Addressing Measurement Barriers to Accelerate Innovation)には、従来の暗黙知が、かなり明瞭な形式知として提示されています。1000名以上の有識者の叡智を集めて、産業や科学技術の各分野について計測ニーズを調査し、さらに精度向上や新たな分析技術の必要性を明確にしました。この研究所が米国国立標準局(National Bureau of Standards : NBS)と呼ばれていた1970年代に、開発直後の日立偏光ゼーマン原子吸光光度計を搬入して、標準試料保証書(Certificate)を作成するための分析値の正確度(Accuracy)を確認する作業を行いました。それを通して分析科学の真の厳しさを学ばせて下さったNBS(現NIST)は、ワシントン近郊の美し

い自然とともに忘れ難い思い出となっています¹¹⁻¹³⁾。ここでは分析科学という言葉で呼びましたが、「分析(解析)・計測」を産業・経済発展の基盤として、明確に再認識することが大切だと思います¹⁴⁾。

わが国でも今年(2007年)6月に、2025年までの「イノベーション25」計画が、閣議決定されました。この計画をさらに深耕して行くことが、これからの日本にとって極めて重要でありましょう。

文献

- 1) C. M. Vest : " INNOVATION : A Universal 21st Century Imperative ", 日立評論, 1000号記念臨時増刊号, 21-31(2006)
- 2) 小泉英明 : 「異分野の「知」の架橋・融合が創造する新しい価値」, 日立評論, 1000号記念臨時増刊号, 32-4(2006)
- 3) H. Koizumi, ed., Search for Foundations of Science & Technology in the 21st Century : The Trans-disciplinary Symposium on the Frontier of Mind-Brain Science and Its Practical Applications, Hitachi, Ltd. Tokyo(1995)
- 4) 小泉英明 : 「「脳と心」の分析科学 : 自然科学と人文科学の融合」, ぶんせき, 12月号, 974-979(1995)
- 5) 小泉英明 : 「分析科学とその概念構造」, Hitachi Scientific Instrument News, 35, 3619-3624(1992)
- 6) 小泉英明 : 「人間の探求 : 環境計測から脳機能計測へ」, 日立評論, 1000, 52-57(2005)
- 7) 小泉英明 : 脳を育む : 学習と教育の科学, 科学, 70, 878-884(2000)
- 8) 小泉英明 : 『脳は出会いで育つ : 「脳科学と教育」入門』, 青灯社, 東京(2005)
- 9) 小泉英明 : 脳科学を基調とした教育へ 科学 77 巻頭言(2007)
- 10) H. Koizumi, " The Concept of Brain-Science & Ethics ", J. Seizon and Life Sci., 17B, 13-32(2007)
- 11) 小泉英明他, 「170-70型日立ゼーマン原子吸光分光光度計について」, Hitachi Scientific Instrument News, 19, 1705-1709(1976)
- 12) H. Koizumi, et al., " Atomic Absorption Spectrophotometry Based on the Polarization Characteristics of the Zeeman Effect ", Anal. Chem., 49, 1106-1112(1977) (Research News : The Zeeman Effect : A Unique Approach to Atomic Absorption, Science, 198, 39-41(1977))
- 13) 小泉英明 : 「ゼーマン原子吸光法の開発」, ぶんせき, 11月号, 825-828(1980)
- 14) 小泉英明 : 「会長就任の言葉 : 会長就任にあたって」, ぶんせき, 4月号, 175(2006)

著者略歴

小泉 英明

1971年東京大学教養学部基礎科学科卒業。㈱日立製作所入社。微量元素分析の「偏光ゼーマン原子吸光法」や脳機能描画の「光トポグラフィ法」などを創出・実用化、大河内賞三度受賞。「脳科学と教育」という新概念を提唱。現在、独立行政法人科学技術振興機構「脳科学と教育」研究プログラム領域総括、東京大学先端科学技術研究センター客員教授。OECD「学習科学と脳研究」国際諮問委員、日本神経学会ならびに国際脳・心・教育学会(IMBES)理事。中央教育審議会ならびに原子力委員会専門委員。

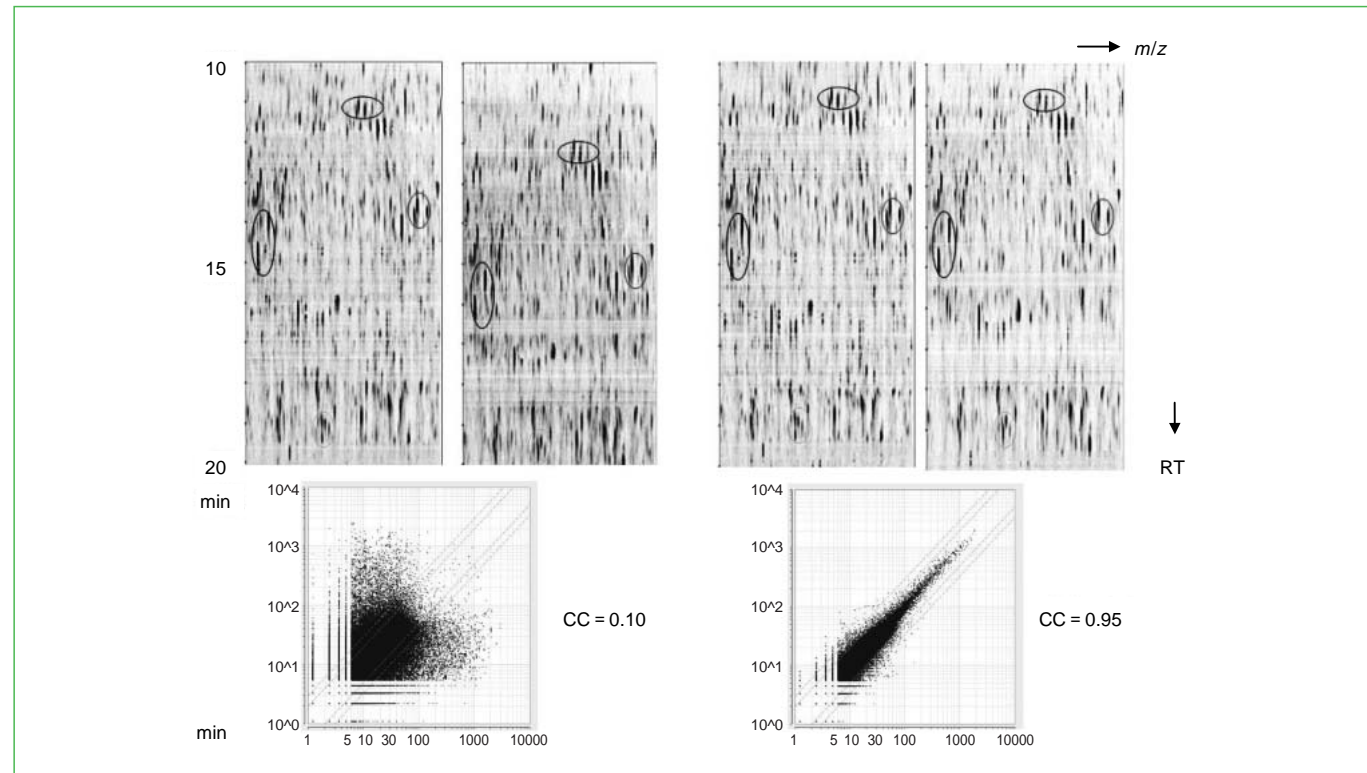


図2 nanoLCの時間変動とその補正

同一サンプルを流したものでも同一の位置にピークは出ないが(図左上), ダイナミックプログラミングを用いて時間補正することにより, 保持時間の再現性が得られる(図右上)。補正前の相関係数は0.10であったものが, 補正後には0.95と高い相関になった。

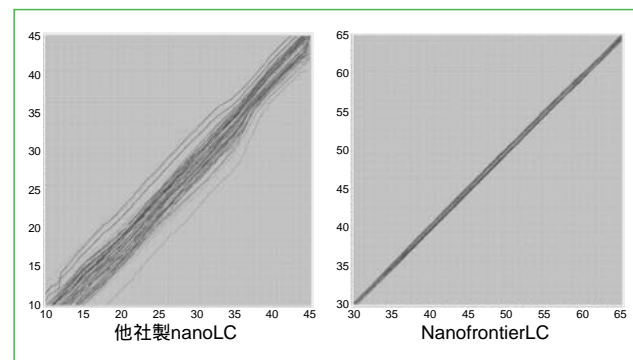


図3 多数例でのnanoLCの時間変動

参照データに対して120回測定した保持時間の変異をグラフ化したものである。45度線上から離れるほど, 参照データからのズレが大きい。

る。標準としたデータに対してこの時間の変異を各測定でプロットすると図3のようなグラフが得られる。他社製の時間変動の標準偏差平均値が1.68分であるのに対し, NanofrontierLCは0.317分であった。NanofrontierLCの保持時間安定性はきわめて優れたものであることが分かる。

サンプル(S)をもうひとつの次元にとらえると, ひとつのピークは m/z , RT, Sの3次元であらわされ, 同一 m/z のピークをRT, サンプルの2軸の平面で描出することが可能となると前述したが, この手法を用いて時間変動補正前後の40サンプル(120回測定)のピーク

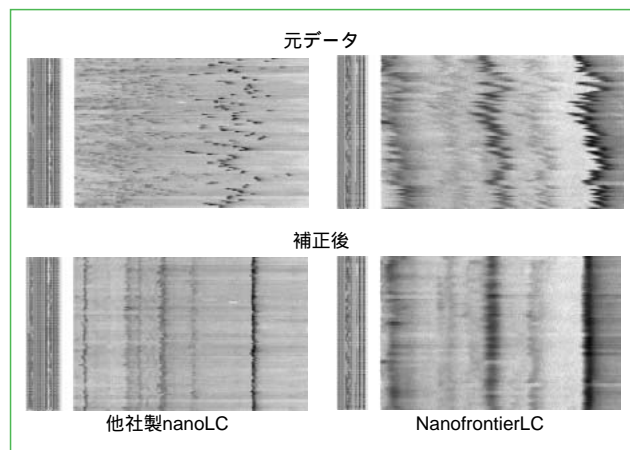


図4 各ピークの時間変動と補正後の変異1

120回測定データをサンプルと保持時間の2次元に展開した画像である。上図は時間補正をしないもの, 下図は時間補正後のものである。多数検体を扱うと時間変動は不可避であるが, 補正を加えると同一ピークの比較が容易となる。

を表示すると図4のようになる。各症例で同一ピークとして得られたピークの時間変動の標準偏差を指標として, それぞれの機器における時間補正前後を数値化すると, 図5となる。われわれの用いている時間補正法はLCの時間変動を極めて効率よく補正するが, 元データの変動が少ないほど時間補正の効率が良くなることも明らかとなった。

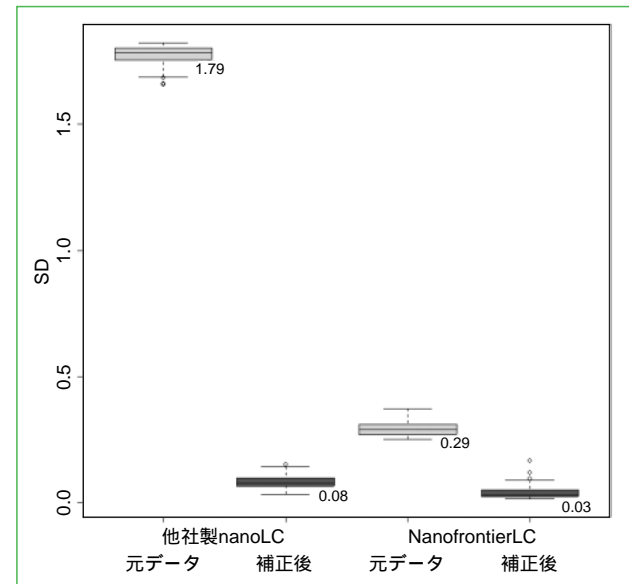


図5 各ピークの時間変動と補正後の変異2

ピーク強度上位50ピークを選択し, 標準偏差の平均値をグラフ化したものである。時間補正により各ピークの変動が少なくなるが, 元データが安定しているほうが, 補正後の変動も少ない。

2.2 プロテオームにおけるダイナミックレンジと感度

2DICALの手法を応用して, 実際のプロテオーム測定における最適なダイナミックレンジと感度を質量分析器ごとに検討できるようになった。理想の質量分析器は, 1分子1カウントとして, すべての分子を測定できることであるが, 実際の応用には多大な技術革新が必要である。そこで, 1カウントに必要な分子数(感度)と一度に測定可能な分子数(ダイナミックレンジ)を質量分析器ごとに測定しておかなければならない。いくつかの仮定をおいてシミュレーションしたところ, ダイナミックレンジを超えて分子数を投与した場合には, 投与した分子数に比例して検出できる感度が低下してくるという結果を得た。プロテオーム解析においては, より多くの物質を測定し, その中から微量の物質を検出するという宿命を負っており, 測定できる全体量とその全体量を測定したときにどこまで微量に測定できるかを正確に把握しておくことが重要である。

われわれは血漿サンプルをいくつかの濃度に振り分け, 一回に測定されるタンパク量を調整し, トリプシンにてペプチドに分解した溶液とした。その中に, 量を変化させてあるペプチドを加え, そのペプチドが質量分析器でどの程度の量まで検出できるかを検討した。図6に示す質量分析器では, 血漿50ngに対して5fmolの量まで見えていたものが, 全体のペプチド量の増加により, 最低測定可能量が増加していることが分かる。しかし, 血漿50ngで得られるピークは少なく, この機器で最も適した血漿量は血漿500ngと判断されるが, その場合の感度は50fmolとなる。NanofrontierLDではより少ないタンパク量で十分なピークを出すことができ, 血漿100ngで10fmolまで観察できる(図7)。両質

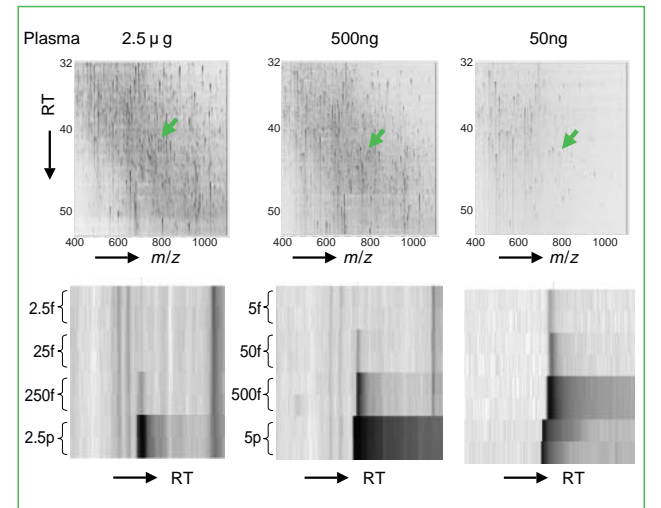


図6 測定タンパク量に対する感度の変化1

血漿をトリプシン分解しタンパク量が50ng, 500ng, 2.5 μgとなる溶液を作成し, その溶液中で量がGFP(glucocfibrinoptide)が5f, 50f, 500f, 5pmol(血漿2.5 μgに対しては2.5f, 25f, 250f, 2.5pmol)となるように調整し, 各2回ずつLCMS測定を行い2次元表示した。上手の矢印はGFPの出現部位を示し, 下図はGFP各量におけるGFPピーク強度を示す。

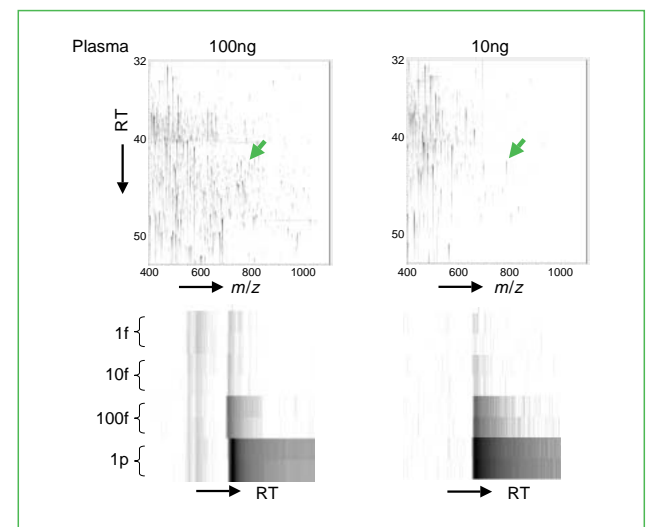


図7 測定タンパク量に対する感度の変化2

NanofrontierLDで図6と同様に測定したものである。血漿タンパク量が10ng, 100ng, GFP量は1f, 10f, 100f, 1pmolで行った。

量分析器は全体のタンパク量に対し, 同程度の比率で検出感度を有しているといえるが, 得られるサンプルの絶対量が少ない場合には, より少ないタンパク量で十分なピークを出す質量分析器のほうが有利であるといえる。

3. 臨床プロテオミクス解析

3.1 臨床サンプルの取り扱いの統計学的問題点

臨床的に意味のあるデータを示すためには, 研究レベルにおいても, ある程度のサンプル数での解析から得られた結果であることが必要である。それは, われわれの試算で, 判別率が90%(感度, 特異度がともに

U.D.C.54.01 : 543.423 : 611.018.5 : 616-008.846 : 615.9 : 544.142.3 : 678 : 543.51

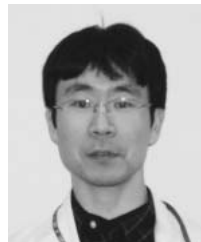
ノビアスキレート樹脂を用いた尿中金属の高精度簡易測定法

An accurate and rapid analysis for metals in urine using solid phase extraction column packed with NOBIAS Chelate-PA1

圓藤 陽子* 小川 真規**



圓藤 陽子



小川 真規

試料組成の個体差が大きい尿中の低融点金属の測定において、このNOBIAS Chelate PA-1を用いた固相抽出法による高精度簡易測定を検討したので解説する。

2. 固相抽出法

固相抽出法では、化学結合型シリカゲル・ポーラスポリマー・アルミナ・活性炭等の固定相(固相)を用いて、分離・精製を行うので、従来からの液/液抽出法で見られる、エマルジョンの形成、煩雑な分離操作、再現性の問題、などの欠点なしに複雑な組成を示す試料中から特定の目的成分のみを選択的に抽出することができる。

今回、固相抽出カラムとして用いたキレート樹脂

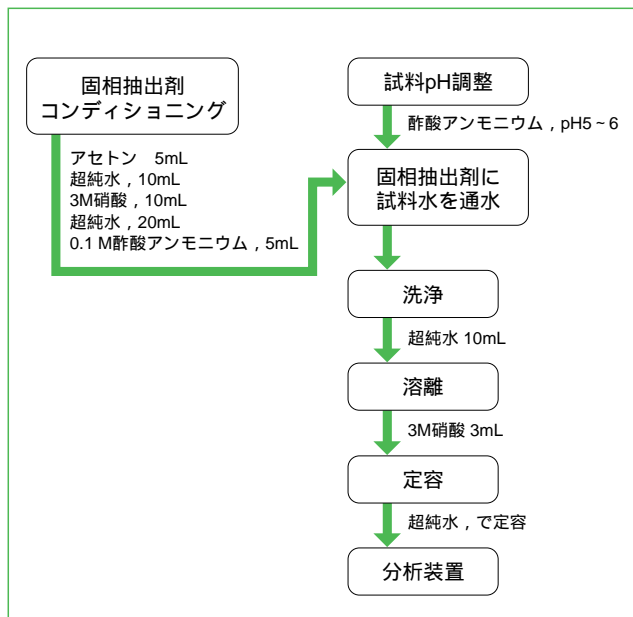


図1 NOBIAS Chelate-PA1の基本的な操作手順

表1 判別率の信頼区間			
	A群：B群	下側	上側
判別率90%	10：10	0.64	0.98
	20：20	0.74	0.97
	40：40	0.80	0.96
	80：80	0.84	0.94

判別率90%として算出された場合、比較対象各群の症例数ごとの判別率の95%信頼区間を示す。少数例の検討では、真の判別率が低い場合でも高い判別率を示すことがある。

90%であるような場合)になる因子が、10対10の症例比較で得られた結果の場合では95%の信頼区間は64%から98%になり、実際はほとんど判別できない(偶然に2群に分けた場合の判別率50%になる)危険もあることが示されたからである(表1)。臨床に有用なマーカーを探索するにあたって正確な議論をするためには十分なサンプル数で検討することが大前提である。

安定同位体法などの現存のLCMS解析法では、そのような多数検体の解析が不可能と判断し、多数検体が処理可能な手法として2DICAL法を開発した。前述した質量電荷比(m/z)、保持時間(RT)の2次元座標化以外に、一つのサンプルの持つデータ量をなるべく少なくして多数検体で比較することを可能とするような方法を採用した。そのため、LCは一次元であり、また、 m/z のデータも1 m/z ごとのデータに変換する作業を行っている。それでも、各サンプルから拾われるピーク総数は10万以上であり、それを100症例で比較すると3千万ピーク以上の解析となる(われわれは、1つのサンプルにつき3回の測定を行っている)ので、これらのデータを迅速に処理するために、複数台のコンピュータによる並列処理を行わせている。このようにデータを簡略化させて臨床的に有用なピークを拾い出した後、 m/z 、RT座標を指標として、目的のピークを詳しく解析していく。すなわち、目的のピークに対しタンデムマスを行い、ペプチド配列を決定し、翻訳後修飾の有無を調べ、特に翻訳後修飾のある場合は、精密マス測定、多段階タンデムマス測定を行い、その修飾を決定することになっている。

3.2 臨床サンプルの取り扱いにおける前処理の重要性
血中蛋白質の濃度は 10^{12} のダイナミックレンジを持つ²⁾ため、質量分析器に適合したダイナミックレンジと感度に調整するために、質量分析器で計測する前の処理が重要になってくる。前処理としては不要な物質を除く方法(除去)と、必要なものを集めてくる方法(濃縮)があるが、除去も濃縮もせず、より細かく分離することで、質量分析器での感度を上げる方法もある。濃縮の方法はレクチンにより糖鎖修飾蛋白質を選択的に抽出する方法、Phos-trap Phosphopeptide Enrichment Kitによりリン酸化タンパクを抽出する方法、抗

体を用い特定蛋白質を抽出する方法などがある。除去の方法はアルブミン除去カラムによりアルブミンを除く方法やアルブミン、グロブリン等多数存在する12種のタンパク質を除去するTop12カラムを用いる方法などがある。より細かく分離するために、トリプシン消化産物を2次元液体クロマトグラフィーによって測定する方法やLCで分画した蛋白質をトリプシン処理しLCMSデータを取る方法などがある。

3.3 臨床サンプル解析

2DICAL法を用いた臨床サンプル解析を以下に例示する。

膵癌43症例、対照者43症例の血漿を解析し、特異糖鎖を認識するコンカナバリンAによる前処理を施した検体から115325ピークを検出し、両群間で有意差のあるピークをp値、ピーク強度、および強度比で10ピークに絞り込み、ペプチド、蛋白質同定を行い、翻訳後修飾の違いに基づくバイオマーカー候補を発見した。また、子宮体癌40症例、対照者30症例、子宮筋腫30症例、子宮肉腫25症例の血清を解析し、12種のタンパク質を除去するTop12カラムで前処理した検体から154,992ピークを検出し、子宮体癌患者、対照者群間で100ピークのシングルマーカー候補を選出し、それらのピークのペプチド、蛋白質同定を行い、それら同定蛋白質の発現差をウェスタンブロットにて確認した。

現在、2DICAL法を用いて膵癌に対する薬剤の奏効性、副作用に関するマーカー探索、大腸癌腫瘍マーカー探索などを行っている。

4. 終わりに

ホルマリンパラフィン切片からの組織プロテオミクスが2DICAL法によって可能となり、血液、組織両面からの解析が可能になってきた。2DICALにて現在月間約200例の臨床検体が解析可能となっているが、このシステムは多くの質量分析装置のデータフォーマットに対応しているため、装置の数に比例してスループットの増加が見込まれ、今後より多くの臨床サンプルの解析が期待される。また、性能が益々向上している質量分析器の能力を引き出せるように2DICAL法自体も、 m/z のデータ処理をさらに細かくし同位体判定や価数判定を行ったうえで定量解析を行うシステムや精密分析にかけられたピークが選択されたピークと同一であることを自動判定するシステムの追加など日々改良を加えており、プロテオーム解析技術としてさらに発展していくものと予想される。

参考文献

- 1) Ono, M. et al. : Mol Cell Proteomics, 5, 1338(2006)
- 2) Anderson, N. L. et al. : Mol Cell Proteomics, 1, 845(2002)

* (独)労働者健康福祉機構 東京労災病院 産業中毒センター センター長
** (独)労働者健康福祉機構 東京労災病院 産業中毒センター 医師

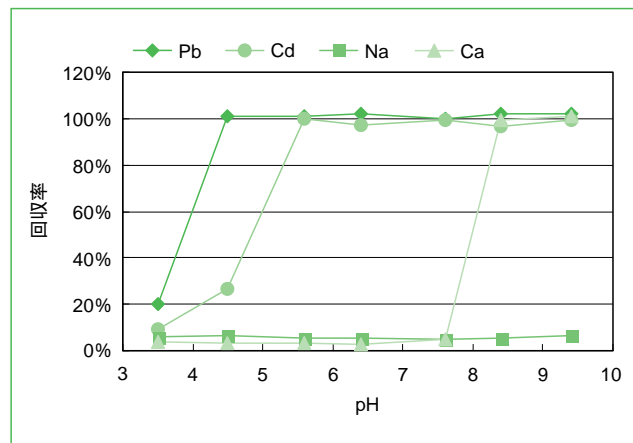


図2 pH3 - 10における尿中Pb, Cd, Na, Caの捕捉回収率

NOBIAS Chelate PA-1(日立ハイテクノロジーズ, 東京)は, 多孔質ポリヒドロキシメタクリレートにイミノ二酢酸・エチレンジアミン三酢酸を導入したキレート樹脂で, 従来のキレート樹脂よりも, アルカリ, アルカリ度類の除去能が優れていることから, 検討の対象とした。

2.1 基本的な固相抽出操作手順

固相充填カラムNOBIAS Chelate PA-1の樹脂粒子径は45-90 μ m, 充填量は240mgであった。基本的な操作手順を図1に示した。

3. 尿中金属における検討

3.1 抽出pHの検討

pH3～10における尿中PbおよびCdの捕捉回収率を検討した結果を図2に示した。PbおよびCdを10 μ g/L濃度に添加したプール尿5mLを用いて固相抽出し, 抽出液をMIP/MS Φ P-6000, 日立ハイテクノロジーズ, 東京)にて, 検出質量数(m/z)Pb=208, Cd=114, 内標準Rh=103により測定した。PbはpH4から9の範囲で, CdはpH5から9の範囲でほぼ100%捕捉された。このpH範囲ではNaは捕捉されなかったが, CaはpH8を超えると捕捉された。以上の結果から, PbおよびCdの抽出はpH5 - 7において実施した。

3.2 再現性

pH4 - 6におけるPb濃度10 μ g/Lの標準液50mLを固相抽出後, 溶出液を50mLとしICP-MS Φ HP4500, Agilent, USA), 検出質量数(m/z)はPb=208, 内標準としてY=89を用いて測定したところ, 繰り返し精度はN=5で, 10.41 \pm 0.25 μ g/L, CV=2.4%であった。

3.3 回収率の検討

尿負荷時における固相抽出カラムからの金属の溶出を溶出溶媒である硝酸の濃度と溶出液量を変えて検討した。健康人によるプール尿に40 μ g/L濃度のPbまた

表1 溶出液としての硝酸の濃度および液量による尿中添加Pb, Cdの回収率

液量	1M 硝酸			3M 硝酸		
	3mL	2mL	1mL	3mL	2mL	1mL
Pb回収率	102%	103%	101%	102%	101%	102%
Cd回収率	101%	102%	103%	103%	103%	102%

表2 負荷尿量を増加させた場合の回収率

尿量	5mL	10mL	25mL	50mL	100mL
濃縮倍率	1倍	2倍	5倍	10倍	20倍
Pb回収率	109%	107%	108%	102%	103%
Cd回収率	104%	102%	102%	99%	100%

はCdを添加し, その5 mLをカラムに通し, 1, 2, 3 mLの1.0Nまたは3.0N硝酸により溶出させ, MIP-MSにて測定した。その結果, 表1に示すように回収率は, ほぼ同一の102～107%の範囲にあったことから, 1.0N硝酸 1 mLによる溶出で十分であった。

次に, 固相抽出カラムの保持量を確認するために, 負荷尿量を20倍まで増加させて検討した。健康人によるプール尿に40 μ g/Lの濃度にPbまたはCdを添加し, その5, 10, 20, 50, 100mLを同量の0.2M酢酸アンモニウムで2倍に希釈して固相抽出し, MIP-MSにて測定した結果, 回収率は表2に示すようにPbは102 - 109%, Cdは99～104%と一定であった。

以上のようにNOBIAS PA-1では, 表2に示すように尿においても100mLの尿中のPbおよびCdをほぼ100%捕集でき, またその捕集したPbおよびCdの溶出には硝酸濃度は1.0N, 溶液量は1 mLで十分であった(表1)。GF-AAS分析においては, 試料と標準液の硝酸濃度を一致させれば, 定量値に影響はない⁷⁾ので, 超純水 1 mLによる溶出を加えた場合でも尿中のPbおよびCdを50倍まで濃縮できる。

4. 各種分析法における固相抽出法と従来法との比較

健康者尿にPbを14.5, 29.0, 72.7 μ g/L添加し, その尿中のPb濃度をICP-MS, 湿式灰化-DDTC/MIBK抽出-UV GF-AAS Φ AA6800 AAS, 島津, 京都), Zeeman GF-AA Φ Z-2000 AAS, 日立ハイテクノロジーズ, 東京)で分析した。次に, 添加尿を固相抽出後, ICP-MS, Zeeman GF-AAS, UV GF-AASで測定した(表3)。その結果, 固相抽出なしの灰化-DDTC-MIBK抽出UV GF-AAS, Zeeman GF-AASは良好な回収率が得られなかったが, 固相抽出した場合はすべての方法において, ほぼ100%の回収率が得られた。この被検査尿の固相抽出前のNa, K, Ca濃度はそれぞれ5700, 2300, 142mg/Lであったが, 固相抽出した後の溶出液中のNa, K, Ca濃度は, それぞれ1 mg/L未満, 1

表3 固相抽出法と各種分析法との組み合わせによるPb添加尿の分析結果

Added Pb	ICP-MS				UV-NF AAS				Zeeman NF AAS			
	生尿10倍希釈		固相抽出		湿式灰化-DDTC-MIBK抽出		固相抽出		Pd/Mg補正		固相抽出	
μ g/L	μ g/L	%	μ g/L	%	μ g/L	%	μ g/L	%	μ g/L	%	μ g/L	%
0.0	1.6		1.6		3.2		2.2		0.7		1.8	
14.5	15.2	93.8	15.4	95.4	28.3	173.1	18.8	114.5	10.8	69.9	18.3	113.6
29.0	29.4	95.9	29.5	96.5	19.6	56.6	33.6	108.5	20.8	69.4	31.8	103.4
72.7	71.9	96.7	73.5	99.0	63.0	82.3	80.0	107.1	55.5	75.4	73.7	98.9

表4 標準尿(Seronorm Trace Elements Urine)における分析結果(N=5)

試料	Pb		Cd	
	分析結果 (μ g/L)	認証値 (μ g/L)	分析結果 (μ g/L)	認証値 (μ g/L)
Urine Blank Lot No.2524	0.65 \pm 0.02	0.65 \pm 0.12	0.10 \pm 0.00	0.11 \pm 0.01
Urine Lot No.2525	89.7 \pm 1.2	91.1 \pm 7.0	5.30 \pm 0.03	5.06 \pm 0.22

表5 鉛作業者尿における固相抽出法の実用

作業者	尿の混濁	クレアチニン濃度(g/L)	鉛濃度(mg/L)	添加後鉛濃度(mg/L)	回収率(%)
作業者1	-	0.61	26.9	69.5	106.4
作業者2	+	1.26	65.4	108.8	108.8
作業者3	++	3.37	77.7	114.8	92.5
腐敗尿	+++	-	2.1	21.9	98.7

mg/L未満, 1.3mg/Lとなった⁸⁾。

表3で明らかなように, キレート抽出を行った場合はゼーマン補正法および紫外部吸収補正法のいずれにおいても尿に添加したPbは100%回収された。しかしながら, 最も有効な補正法として知られる偏光ゼーマン補正法においても生尿の分析はPd/Mg補正法のみでは70%の回収率しか得られず, 湿式灰化-DDTC-MIBK抽出-GF AAS測定では数値は大きくずれた。ICP-MSにおいては, 尿の希釈だけで十分な測定ができるとされており⁹⁾, 今回の結果でも生尿の10倍希釈において平均95.5%の回収率が得られたが, キレート抽出により97.0%とさらに良くなった。このことは, 尿は試料によってアルカリ塩類などのマトリックスが大きく異なるので, GF-AAS法のみならずICP-MS法においてもこれらによるマトリックス効果を減じることができるキレート樹脂による前処理は有効だと考えられた。

5. 標準試料における検討

尿標準試料(Seronorm Trace Elements Urine)

表6 作業者尿中からのアルカリおよびアルカリ土類の除去率

元素	項目	ナトリウム (mEq/L)	カリウム (mEq/L)	カルシウム (mg/L)
作業者1	生尿	151	47	41
	抽出溶液	<4	<0.2	0.002
	除去率(%)	> 97.4	> 99.6	> 99.9
作業者2	生尿	248	38.9	142
	抽出溶液	<4	<0.2	0.004
	除去率(%)	> 98.4	> 99.5	> 99.9
作業者3	生尿	82	54.4	103
	抽出溶液	<4	<0.2	0.009
	除去率(%)	> 95.1	> 99.6	> 99.9
腐敗尿	生尿	160	58.4	107
	抽出溶液	<4	<0.2	0.013
	除去率(%)	> 97.5	> 99.7	> 99.9

5 mLを固相抽出し, 溶出液を5 mLとしてMIP-MSにて分析した分析値と認証値を表4に示した。標準ブランク尿および標準尿のいずれも認証値と良く一致し, しかも標準偏差は, 認証値よりも小さく, 精度よく測定されており, キレート抽出法による測定の正確性と再現性が良いことが示された。

6. 作業者尿への応用

次に, 鉛作業者等の尿試料に40 μ g/Lの濃度にPbを添加して, その回収率を検討した結果を表5に示した。また, 固相抽出前後におけるCa, Na, およびKの濃度を比較すると, 固相抽出により, これらの元素はほぼ完全に除去されていた(表6)。いずれの鉛作業者尿においても, また腐敗尿においても, 灰化操作なしに添加Pb量のほぼ100%の回収率が得られたことから, 保存された作業者尿の分析においても, 十分分析可能と考えられた。

7. 今後の展望

今回の検討結果から, 生尿をNOBIAS PA-1によりキレート抽出することにより, 簡単に精度良くかつ濃

縮することが可能となり，実用的な尿中PbおよびCd測定法を確立できた。

今後，電子機器の進歩やRoHS指令等によって，種々の新しい遷移金属が産業界に導入されつつあるので，本法を用いた高精度簡易金属分析法の確立が望まれる。

謝辞

MIP-MSおよびZ-2000-GF/AAS分析においては㈱日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所那珂アプリケーションセンタ 山本和子氏に協力をいただきました。

参考文献

- 1) Delon H. Metals in urine. In : Tj K, JV Q(eds.) Methods for biological monitoring, Washington, DC : American Public Health Association 1988 ; 229-235.
- 2) Schramel P BJ, Emons H. The use of ICP-MS for human biomonitoring. In : J A, KH S(eds.) Analysis of Hazardous Substances in Biological Materials Volume 6, Weinheim : Wiley-VCH 1999;1-45.
- 3) Bashir W, Paull B : Sensitive and selective ion chromatographic method for the determination of trace beryllium in water samples.J Chromatogr A910 : 301-309 2001.
- 4) Gao Y, Oshita K, Lee KH et al. : Development of column-pretreatment chelating resins for matrix elimination/multi-element determination by inductively coupled plasma-mass spectrometry.Analyst127 : 1713-1719 2002.
- 5) Juang RS, Wang YC : Use of complexing agents for effective ion-exchange separation of Cd(II)/Ni(II) from aqueous solutions. Water Res37 : 845-852 2003.
- 6) 坂元秀之，山本和子，白崎俊浩，井上嘉則：ポリアミノポリカルボン酸型キレート樹脂固相抽出カラムを用いる海水中微量金属の前処理方法．分析化学55 : 133-139 2006.
- 7) 広川吉之助，分析特性と定量例．In：保母敏行(ed.)分析技術 東京：フジ・テクノシステム 1997；471-482.
- 8) 竹内幸子，圓藤陽子，中嶋義明，井上嘉則，小川真規，福田隆広，圓藤吟史：元素選択型キレート樹脂を用いた尿中鉛の高精度簡易測定法，日職災医誌 55(1) : 15-19, 2007
- 9) Sakai T : Biomarkers of lead exposure.Ind Health38 : 127-142 2000.

U.D.C.546.766 : 661.876.21 : 543.062 : 66.028.1 : 681.785.423

分光光度計を用いるクロメート皮膜中の6価クロムの前処理／定量法

Analysis of chromium()in chromate Passivation Film by UV-VIS Spectrophotometer

和久井 隆行* 白崎 俊浩*

1. はじめに

欧州連合(EU)では，電子・電気機器の生産から処分に至る全ての段階において，環境や人の健康に及ぼすリスクを最小限にするために水銀，カドミウム，鉛，6価クロム，ポリ臭化ビフェニル，ポリ臭化ジフェニルエーテルの6物質を特定有害物質に指定し，2006年7月1日以降の使用を制限した(RoHS指令)。この指令を受け，電子・電気機器メーカーは，機器内に含まれるこれらの含有量の把握が必要となる。しかしこれら化合物の定量法についてEUから具体的な指針は示されていない。特にクロムのみが化学形態による制限が設けられ，固体試料中の6価クロムが定量できる適切な手段がないため，種々の検討が行われている¹⁻³⁾。中でも，分光光度計を用いるジフェニルカルバジド吸光光度法は，6価クロムのみを選択的に定量することが可能で，再現性も良好である。さらに溶液調製が簡便に行える試薬キットも販売されており，容易に6価クロムのみを定量できる。ジフェニルカルバジド吸光光度法は分析するにあたって溶液化する必要はあるが，RoHS指令で定められた6価クロムに対して十分な感度を有し，装置も安価で取り扱いが簡単である。

本稿では，電子・電機機器内で腐食防止を目的に使用されているクロメート皮膜を分析対象として，新形分光光度計U-1900形，U-2900形(図1)を用いた6価クロムを抽出・定量する一連の分析法を紹介する。抽出法は，JISに記載の沸騰水抽出法を取り上げて最適化した。

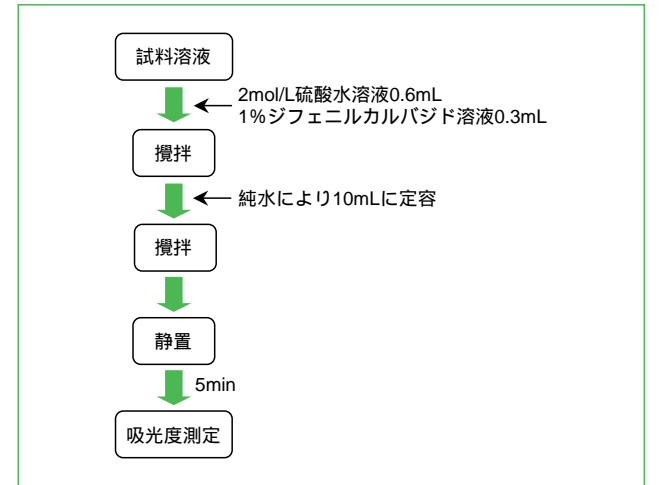


図2 ジフェニルカルバジド吸光光度法による6価クロムの定量操作

2. ジフェニルカルバジド吸光光度法

ジフェニルカルバジド吸光光度法は，酸性下でジフェニルカルバジドと6価クロムが選択的に反応して赤紫色の錯体が生じる反応を利用し，この錯体の吸収極大波長540nmを用いて定量する方法である。標準的な操作を図2に示す。前処理した試料に硫酸を加えて酸性(0.1mol/L硫酸酸性)とし，1%のジフェニルカルバジド溶液を加えてかく拌する。定容した後に5分間静置し，540nmにおける吸光度を測定する。生成した赤紫色の錯体は，およそ1時間程度安定だが，徐々に退



図1 日立分光光度計U-1900形(左)とU-2900形(右)の装置外観

* ㈱日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所那珂アプリケーションセンタ

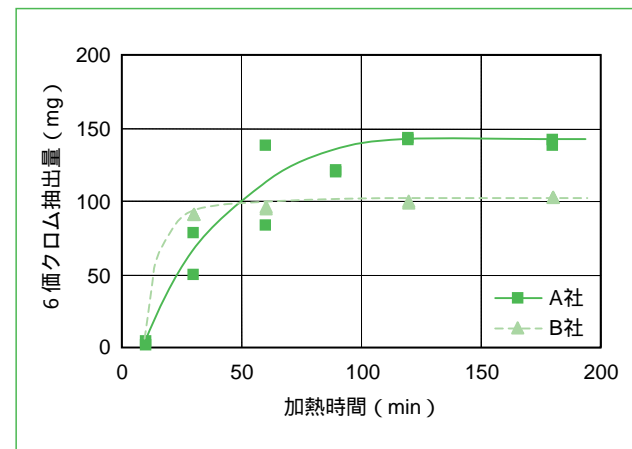


図3 有色クロメート試験片の6価クロム抽出量の検討

色するため多検体を一度に処理する場合には注意が必要である。本法における定量下限値は20 $\mu\text{g/L}$ 、定量範囲は20～1000 $\mu\text{g/L}$ である⁴⁾。

3. 沸騰水抽出を用いた前処理法の検討

3.1 沸騰水抽出法の検討

JIS H8625⁵⁾に記載の前処理法を参考に沸騰水抽出法を検討した。有色クロメート処理を施した試験片(20×45mm、厚さ2mm)を用意し、沸騰水50mLに浸漬して抽出時間を変え、抽出される6価クロムの量をジフェニルカルバジド吸光光度法にて定量した。結果を図3に示した。ここでは、A、B 2社のめっきメーカーの試験片を用いて検討した。その結果、6価クロムの沸騰水への抽出量は、時間とともに増大し、メーカーにより異なるが、ある時間浸漬することにより一定値を示すことが分かった。溶出量が一定となった試

験片を目視で確認すると、沸騰水につける前後で色調が異なっていた。しかし、抽出後のサンプルもクロメート特有の黄色味が残っているため、完全に皮膜は溶解していないと推察される。次に、抽出液中の3価クロムの存在を確認した。3価のクロムは中性付近の水中においては、溶解度が低いことから純水に溶解すると思え難いが、確認のためにA社の試験片を浸漬した溶液試料をジフェニルカルバジド吸光光度法と原子吸光光度法で定量した。その結果、いずれの抽出時間で得た試料も、ジフェニルカルバジド吸光光度法と原子吸光光度法による定量値は等しく、6価クロムの濃度と全クロムの濃度は等しかった。つまり3価のクロムはクロメート皮膜から抽出されず、6価クロムのみが沸騰水中に抽出されることが分かった。

3.2 SEMを用いたクロメート皮膜の分析

沸騰水を用いて6価クロムを抽出した試験片上に、目視確認ではクロメート皮膜が残存していることが確認された。そのため、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて沸騰水抽出前と120分抽出後の試験片の表面状態を観察した。図4に500倍、3,000倍、50,000倍に拡大したSEM像を示した。これより、いずれの試験片にも、表面には凹凸と亀裂があることが分かったが、沸騰水処理前の試験片に比べて、沸騰水処理後の試験片は、表面の凹凸が滑らかとなり、亀裂の間の距離も広がっていることが観察された。先に行った実験の結果と考え合わせると、沸騰水によって、表面と亀裂の溝の部分から6価クロムのみが逐次抽出されたものと推察される。

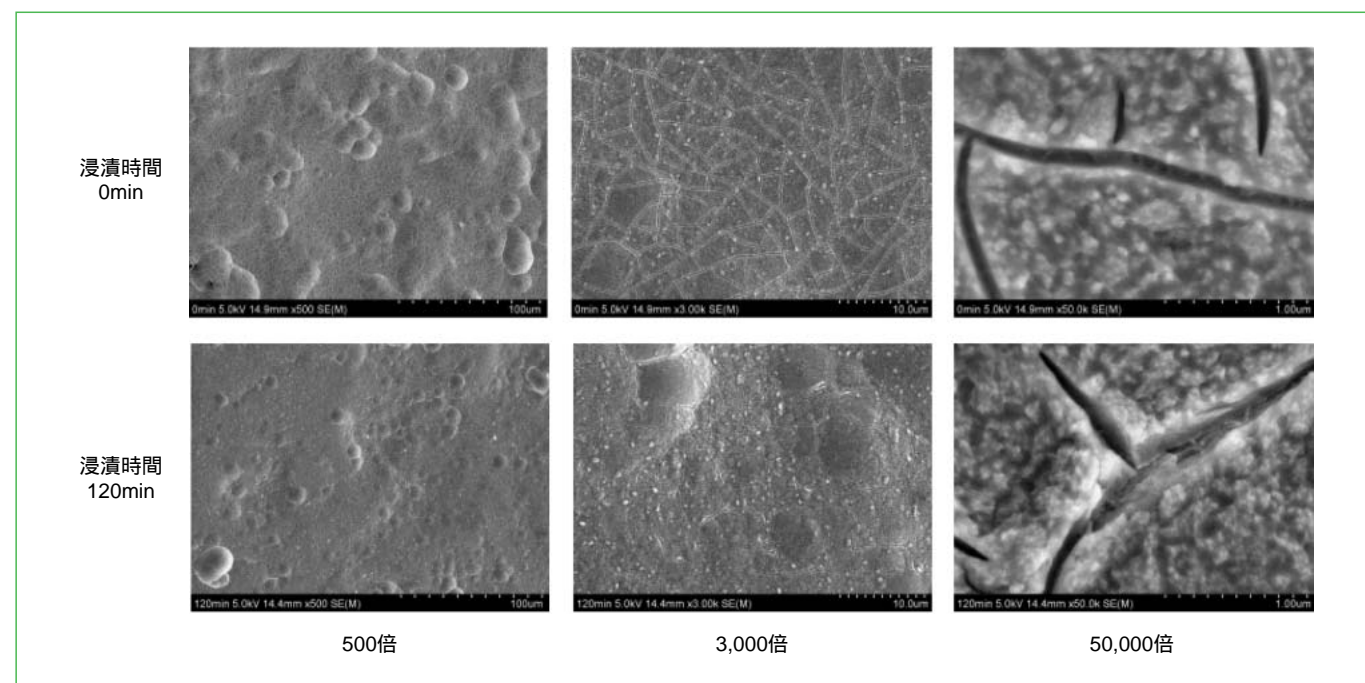
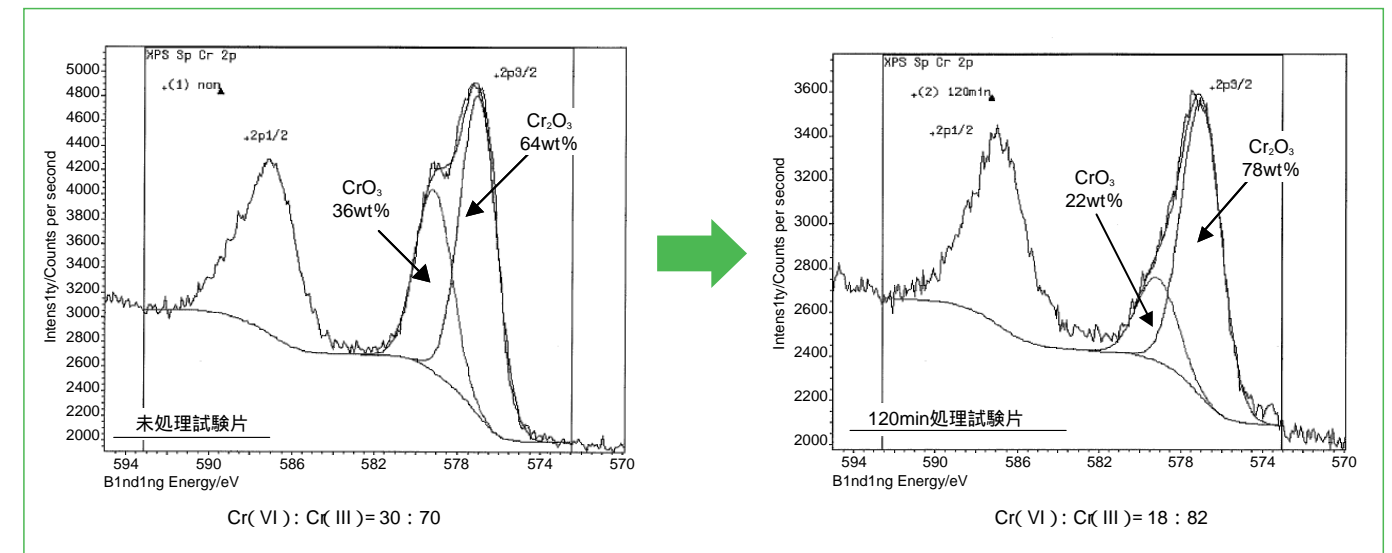


図4 前処理前後における有色クロメート試験片表面のSEM像

図5 X線光電子分光法による有色クロメート表面の化学形態別定量結果(相対的な数値精度: $\pm 5 \sim 10\%$)

3.3 X線光電子分光装置による抽出率の推定

クロメート皮膜を施された試験片を準備し、沸騰水による処理前と処理後(120分間の処理を行ったもの)の試験片について、3価および6価のクロムの形態別分析をX線光電子分光装置にて行った。本装置は、X線を試料表面に照射し光電効果によって試料表面から放出される光電子のエネルギーを分析する方法で、化合物の化学形態に関する情報を得ることができる。結果を図5に示した。これより、いずれの試験片においてもクロムの3価および6価の化合物のスペクトルが得られた。それぞれの比を求めると、沸騰水処理前のクロメート皮膜の場合は、6価クロムと3価クロムの比がおおよそ30:70と見積もられた。これに対して、沸騰水処理後のクロメート皮膜中の6価クロムと3価クロムの比は、おおよそ18:82であった。これは、6価クロムのみが沸騰水処理を行うことによって抽出され、3価は抽出されないとした先の実験の考察からも妥当な結果と考えられる。この時、クロメート皮膜から3価クロムが全く抽出されることがないと仮定して6価クロムの抽出率(試料から沸騰水へ抽出された6価クロムの割合)を計算すると、おおよそ50%程度となる。一般の化学分析における抽出率としては低い値であるが、特殊な薬品などを使わない簡易的な前処理方法としては非常に有用である⁶⁾。

4. 分析方法のまとめ

以上の検討結果から、分析方法について以下にまとめた。

容量100mLの三角フラスコに50mLの純水を用意し、試料を入れる。ホットプレート上でこれを加熱する。上記の実験結果から、120分間の抽出時間が必要であったことから、これを120分間加熱して6価クロムを抽出する。なお、沸騰処理中に水が蒸発するため、適

時純水を補充する。120分後、ホットプレートから三角フラスコを下ろして試料を取り出し、室温まで冷却する。50mLの全量フラスコへ抽出液を移し、三角フラスコの洗液もこれに合わせる。純水を用い50mLに定溶する。この溶液から1mLをとり、図2に従って6価クロムのジフェニルカルバジド錯体を生成させて、U-1900形、U-2900形などの分光光度計にて定量分析を行う。

U-1900形、U-2900形分光光度計は、従来機と比較しキーボードの変更により操作感が向上した。また、レシオビーム、ダブルビーム方式の採用によりベースラインの経時変化が小さい。今回提案した前処理法と装置の特長により、簡便な操作で正確な6価クロムの定量が可能になる。

5. まとめ

RoHS指令と関連の深いクロメート皮膜中の6価クロムの分析を比較的取り扱いが簡便な分光光度計によって行う方法について述べた。沸騰水による抽出は、酸やアルカリといった特別な試薬を用いることなく初心者にも簡単に処理することができる利点がある。

参考文献

- 1) 市川進矢, 近藤奈穂子, 尾鍋和憲, 宮田裕之: 日本分析化学会第55年会講演要旨集, 115(2006)
- 2) 立部哲也, 沖充浩, 竹中みゆき: 日本分析化学会第54年会講演要旨集, 79(2005)
- 3) M.pettine, S.Capri: Anal. Chim. Acta, 540, 231(2005)
- 4) 日本水道協会編: 上水試験方法, (日本水道協会, 2001)
- 5) JIS H8625電気亜鉛めっき及び電気カドミウムめっき上のクロメート皮膜 日本規格協会, 1993)
- 6) 白崎俊浩, 和久井隆行: 表面技術, 58, 393(2007)

U.D.C.535.371 : 681.785.423 : 621.3.032.35 : 530.145 : 535.37

F-7000形分光蛍光光度計を用いた 固体試料における蛍光量子収率測定

Fluorescence quantum yield measurement of solid sample by F-7000

堀込 純* 和久井 隆行* 白崎 俊浩*
江畠 佳定** 白土 利喜**

1. はじめに

近年、有機ELディスプレイや白色LED光源の省エネルギー化に向けて、高効率蛍光材料の開発が盛んに行われている。これらの蛍光材料の発光効率評価には、固体状態での蛍光量子収率の測定が有用とされ、実際に利用されている。

蛍光量子収率は、蛍光現象の光変換効率を表す指標であり、新規蛍光物質の評価には欠かせない。試料が吸収した光子数と蛍光として放出した光子数の割合が蛍光量子収率となるため、蛍光材料の発光効率評価に利用される。

固体試料の蛍光量子収率の測定は、F-7000形分光蛍光光度計(図1)に付属装置である積分球(図2)を搭載することによって可能となる。

ここでは、システム構成とこれを用いて固体試料の蛍光量子収率を測定した例について述べる。

2. 蛍光量子収率の測定方法

2.1 測定方法

蛍光量子収率の測定は、液体試料においては、標準蛍光物質を用いた相対法が確立されている。一方、固体試料の場合は、標準蛍光物質の入手が困難なため、絶対法により蛍光量子収率を算出する必要がある。図3に絶対法の測定フローを示す。

絶対法は、試料の吸収量と蛍光量を直接測定した結

果からを算出する。吸収量は、(式1)に示されるように、試料に照射された励起光量と試料からの反射光量の差より導かれる。試料の励起光量は、基準の測定より算出する。基準物質は、測定波長域において光の吸収が無く、無蛍光であることが望ましい。次に、試料の測定より、反射光量及び試料の蛍光量を算出する。最終的に、(式2)より蛍光量子収率を求める。

2.2 システム構成

・F-7000形分光蛍光光度計

クラス最高レベルの高感度(S/N 800 : RMS)と6桁のダイナミックレンジにより、精度の高い蛍光量子収率の測定が可能である。

・積分球付属装置

固体試料の蛍光は、試料の表面状態により方向依存性が生じる。異なる方向に放射される蛍光を集めるために積分球を用いる。

・スペクトル補正キット

分光蛍光光度計は、測定システム由来(光源、分光器、積分球、ホトマルなど)の装置固有の波長特性がある。このため、装置関数を取得し、スペクトルの補正を行う。(200nm～600nmのスペクトル補正キットは標準搭載である。600nm～800nmのスペクトル補正には、オプションの副標準光源を用いる。)



図1 F-7000形 分光蛍光光度計外観

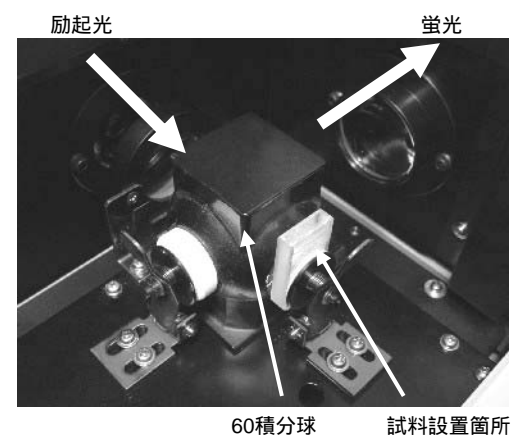


図2 60積分球付属装置

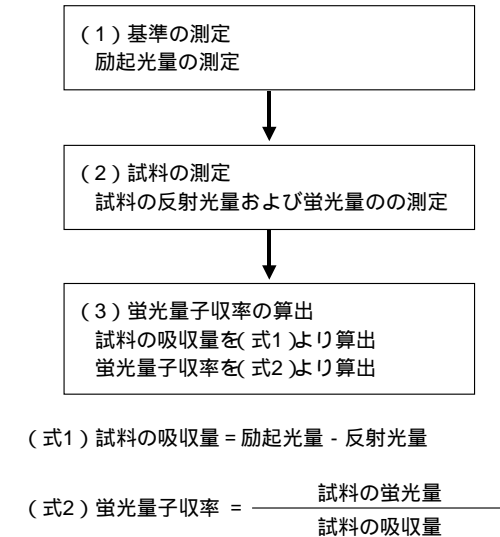


図3 蛍光量子収率測定フロー(絶対法)

3. 蛍光量子収率の測定

3.1 システムの確認

固体試料の蛍光量子収率を測定するシステムの確認に、蛍光量子収率が既知の硫酸キニーネ(10μg/mL)の0.1M硫酸水溶液を用いた。硫酸キニーネは、長時間安定であることから標準蛍光物質として広く用いられている。

溶液セルに封入した0.1 M硫酸水溶液を試料設置部に設置し、基準を測定した(図4点線)。溶媒の吸収を考慮し、基準には溶媒を用いた。次に、硫酸キニーネ(10μg/mL)を溶液セルに封入して試料の測定を行った(図4実線)。

測定の結果、硫酸キニーネ(10μg/mL)の蛍光量子

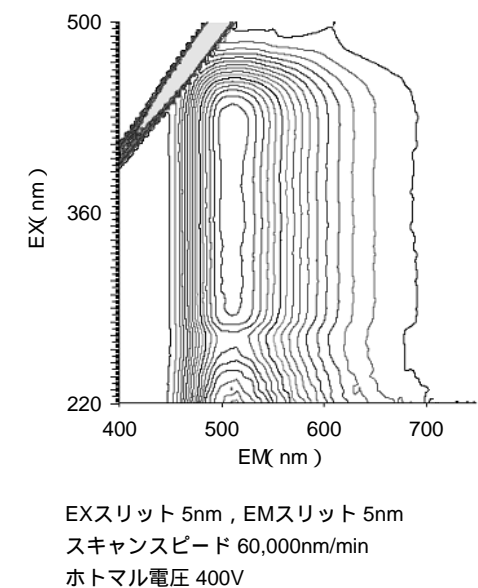


図5 AlQ₃の3次元蛍光スペクトル

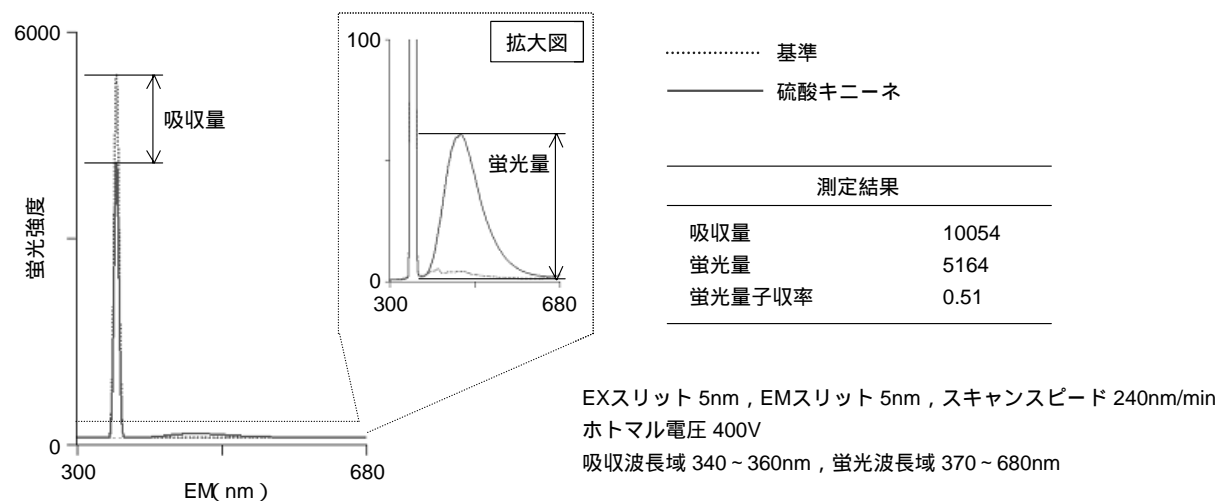
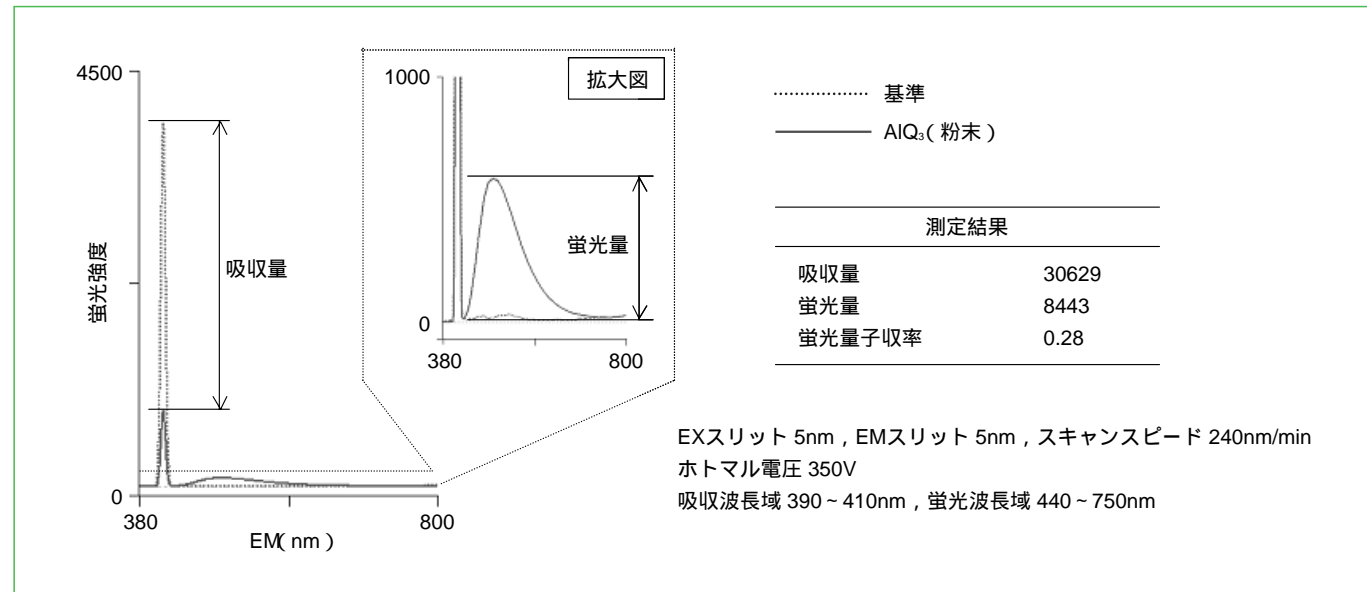


図4 硫酸キニーネの測定結果

* ㈱日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所那珂アプリケーションセンタ
** ㈱日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所バイオ・分析システム設計部

図6 AIQ₃(粉末)の測定結果

収率は、0.51と算出された。硫酸キニーネの蛍光量子収率は、文献値^{1,2)}(0.50 - 0.57)と一致した結果が得られた。

3.2 トリス8-キノリノラトアルミニウム錯体(AIQ₃)の測定

有機ELの発光材料として用いられているAIQ₃(トリス8-キノリノラトアルミニウム錯体)粉末を測定した。まず、最適な励起波長および蛍光波長範囲を得るために3次元蛍光スペクトルを取得した(図5)。3次元蛍光スペクトルは、各励起波長毎の蛍光スペクトルを取得し、蛍光強度を等高線表示する。

3次元蛍光スペクトル測定より、励起波長220nm ~ 500nm, 蛍光波長440nm ~ 750nmにかけて蛍光スペクトルが確認された。本測定では、最も蛍光強度が高い励起波長400nmにおける蛍光スペクトルより、蛍光量子収率を測定することとした。

蛍光量子収率の測定において、基準として酸化アルミニウム(粉末)を測定した(図6点線)。酸化アルミニウムは、光の吸収が少なく、高反射率を有する特徴があり、測定領域において無蛍光であるので基準に適している。次に、AIQ₃(粉末)を粉末セルに封入し、試料の測定を行った(図6実線)。

測定の結果、AIQ₃(粉末)の蛍光量子収率は、0.28となった。

4. 終わりに

F-7000形分光蛍光光度計に積分球を搭載することで、従来なされていなかった固体試料の蛍光量子収率の測定が可能となった。

今後、データ処理ソフトウェアおよび分析精度向上を伴うアプリケーションの開発を推し進め、固体試料

の蛍光量子収率測定の簡便化・高性能化を目指す。

参考文献

- 1) W.H.Melhuish : New Zealand J.Sci. Tech., 35B, 142(1955)
- 2) W.H.Melhuish : J.Phys. Chem., 65, 229(1961)

学会発表 ミニファイル

1. 第12回LCテクノプラザ(2007/2/1~2 千葉県)

原田(日立ハイテクノロジーズ), 他: HPLCを用いた食品中糖分析の検討

井上(日立ハイテクノロジーズ), 他: 陽イオン交換樹脂を用いるアミノ酸分析における高分離分析法の検討

【要旨】HPLCによるアミノ酸分析では各成分のピーク面積値を用いて定量することが多いため、高分離化を図ることは定量精度向上につながる。高分離化はカラム長を長くすることで実現されるが、アミノ酸分析に用いる陽イオン交換樹脂は、圧力が上昇すると性能が充分に発揮できない状態になることがある。そこで、カラム長を長くした場合には、圧力上昇を抑えるために溶離液の流速を下げ、時間をかけて分析を行っていた。しかし、近年、分析対象となる

の一例を示す。本分析法は、従来法と比較し、サイクル時間が約40%削減されている。さらに標準アミノ酸18成分に加え、タウリン(Tau)、メチオニンスルホキシド(MetSOx)、メチオニンスルホン(MetSON)、 γ -アミノ酪酸(γ -ABA)、ノルバリン(NVal)、オルニチン(Orn)、トリプトファン(Trp)の合計25成分について、良好な分離を確認できた。また、新規ツインカラムを用いた生体液分析法の詳細についても報告した。

サンプルが増加し、分析時間の短縮が求められていることから、今回、我々は、従来より短時間で高分離分析が行える分析条件の検討を行った。分離カラムは、新高分離標準分析法では4.6mm I.D. x (40mm + 40mm) #2622, 新高分離生体液分析法では5.4mm I.D. x (30mm + 30mm) #2623を用いた。図1に新高分離標準分析法のデータ

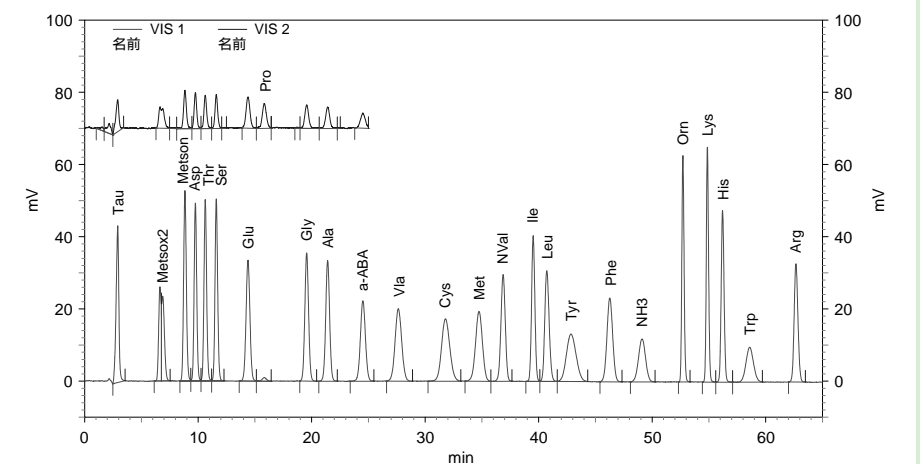


図1 新高分離標準分析法のクロマトグラフ

2. 第55回質量分析総合討論会(2007/5/15~17 広島県)

鍋谷(理化学研究所), 他: 弱アルカリ性溶媒を用いたLC-MS/MSによる蛋白質リン酸化修飾解析

伊藤伸(日立ハイテクノロジーズ), 他: nanoLC-MS/MSによるカルジオリピン分析

【Summary】Cardiolipin (CL) is a phospholipid that is specific to the inner mitochondrial membrane and essential for mitochondrial functions. Nano flow high performance liquid chromatography and negative ion mode electrospray linear ion trap time-of-flight mass spectrometry

was developed for the determination of CL in rat organs. MS/MS spectral information was useful for identification of CL molecules. On the other hand, chromatographic separation of CL by normal phase LC is still room for improvement

平林由(日立基礎研), 他: Linear Trap-TOFMSによる唾液中メラトニンの定量

3. 日本分析化学会第68回討論会(2007/5/19 ~ 20 栃木県)

山本(日立ハイテクノロジーズ), 他: 固相抽出法を前処理に用いる6価クロムの高感度原子吸光分析

【要旨】水溶液中の微量6価クロムの測定方法として、ジフェニルカルバジド-吸光光度法が公定法などで採用されている。しかし、排水、土壌抽出液などで着色した試料を測定する場合には測定値に誤差を生じることがあった。そこで、6価クロムとジフェニルカルバジドの錯体を逆相系固相抽出剤ノビアスRP-OD1(日立ハイテクノロジーズ製)に抽出し、溶出液を電気加熱原子吸光法により定量することにより、数十ng/Lレベルの6価クロムを定量する手

法を開発した。本法は電気加熱原子吸光法にて検出を行うため、試料の着色は影響しない。また、6価クロムの錯体のみを抽出できるため、電気加熱原子吸光法にて形態分析が可能となる。本法を用いることにより水溶液中の数十ng/Lレベルの6価クロムを90%以上の回収率で安定して測定することができた。試料100mL(6価クロム0.1ng/mL)を用いて算出した本法の検出限界は0.4ng/Lとなった。

清水(日立ハイテクノロジーズ), 他: 超高速LCを用いた分析移行性の検討

【要旨】近年、従来の約1/10の分析時間を達成する手法として2 μ m級の分析カラムを用いて測定する超高速LCが開発されている。本発表では化学特性の等しい粒子径2, 3, 5 μ mのオクタデシルシリル基を持つ逆相クロマトグラフィー用シリカゲルカラムを、超高速LCにおいて同様のクロマトグラムが得られるようグラジエント条件を変更し、粒子径間の分析移行性を検討した。

また、一般にグラジエント溶出法を用いる場合、タイムプログラム上で移動相を切り替えても、その移動相が実際にカラムに到達するまでの遅れ時間が

発生する。この遅れとなる体積はデュエルボリュームと呼ばれているが、超高速LCではグラジエント溶出法の妨げになるデュエルボリュームを極力小さくすることが必要である。そこでデュエルボリュームを考慮し、グラジエント溶出をサンプル注入より先に開始させて、注入動作を一定時間遅れさせる先行グラジエント機能を用いて、分離挙動を確認した。粒子径2, 3, 5 μ mのカラムにおいてグラジエントプログラムを変更することにより、粒子径の異なるカラム間で同様の分離パターンが得られた。

坂元(日立ハイテクノロジーズ), 他: HPLC-水素化物発生-偏光ゼーマン原子吸光光度法によるAsの化学形態別分析の検討

4. 55th ASMS Conference on Mass Spectrometry(2007/6/3 ~ 7 米国)

H. Ito(日立ハイテクノロジーズ), 他: Structural Assignments of disialylated biantennary N-glycan isomers derivatized with 2-aminopyridine or glycopeptides using nanoESI/Linear-IT-TOF MS and MSⁿ spectral matching.

【Summary】Electrospray ionization mass spectrometry (ESI-MS) and matrix-assisted laser desorption ionization mass spectrometry (MALDI-MS) which are now routinely used in protein/peptide analysis, are becoming indispensable in oligosaccharide analysis as well. However, despite many attempts, it is still almost impossible to completely assign the oligosaccharide structure (i.e., composition, sequence, anomeric character, linkage position, and branching pat-

tern) by MSⁿ analysis alone. Recently, we demonstrated that MSⁿ spectral matching simply based on correlation coefficient calculations between positive/negative-ion MSⁿ spectra is useful and applicable to the structural assignment of oligosaccharide isomers (complex type N-glycans) labeled by 2-aminopyridine (PA). In this presentation, we apply MSⁿ spectral matching to the assignment of neutral or sialylated N-glycopeptides and investigate its usefulness.

N. Manri(日立中研), 他: Analysis pg Glycopeptides Using ECD Combined with TOF Mass Spectrometer.

S. Ito(日立ハイテクノロジーズ), 他: Quantitative analysis of novel phospholipid in rodent brain by nano flow normal phase liquid chromatography with tandem mass spectrometry.

【Summary】In the recent years, liquid chromatography connected with mass spectrometry has been used in the determination of a variety of lipids. Combination with normal phase LC enables to separate phospholipids into several major subclasses. Its application to the analysis of lipids was a breakthrough for lipid chemistry.

In this presentation, we report a procedure for identification and quantitation of phosphatidylglucoside (PtdGlc) in rodent brain by normal phase LC coupled on-line with ESI linear ion trap time-of-flight mass spectrometry. PtdGlc is a newly found lipid in human cord red blood cells, which is a glucosylated glycerophospholipid.

5. 31th Symposia on High Performance Liquid Chromatography and Symposia on Column Liquid Chromatography(2007/6/17 ~ 21 ベルギー)

M. Ito(日立ハイテクノロジーズ), 他: Method Transfer among Packing Particles Using Ultra High-Speed Liquid Chromatograph

【Summary】We have studied the properties of method transfer among 2-micrometer, 3-micrometer, and 5-micrometer packing particles for reverse phase chromatography. The particles of octadecylsilyl silica have the equivalent properties of chemicals. We have optimized the gradient elution programs to obtain the same profiles of chromatogram using the packing particles. We have analyzed compounds like alkylphenones by using 50mm \times 2.0mm i. d. column with 2 micrometers, 100mm \times 4.6mm i. d. column with 3 micrometers, and 150mm \times 4.6mm i. d. column with 5 micrometers. In the case of alkylphenones, the mobile phase is changed between water and acetonitrile. The temperature of the columns is set at 40 degrees Celsius. We had several research aspects to understand the elution mechanism related with the method trans-

fer. Fundamentally we used a characteristic that the retention time is proportion to the column length divided by linear velocity u. We studied the chemical properties while measuring the retention times among the packing particles with different diameters. We also confirmed that the separation factors are conserved among the packing particles. Then we considered the influence due to the dwell volume. In order to compensate the dwell volume we have developed a software function, which is called the advance gradient elution. First of all we have to decrease the dwell volume as much as possible. Then we can leave the injection time late to the gradient time program by the parameter corresponding to the dwell volume in the function of the advance gradient elution. We also report the effect to the chromatograms by the function.

K. Deguchi(北海道大学), 他: Analysis of Human Serum N-Glycans by ZIC-HILIC Mass Spectrometry.

6. 第16回環境化学討論会(2007/6/20 ~ 22 福岡県)

山本(日立ハイテクノロジーズ), 他: 固相抽出法を前処理に用いる水試料中Cr()の高感度原子吸光分析

7. 第74回韓国食品科学会(2007/6/20 ~ 22 韓国)

Y. Harada(日立ハイテクノロジーズ), 他: Study of Food Analysis with Sensitive HPLC Post-column Derivatization Methods.

【Summary】Improvement of habits of life including diet has been strongly demanded as never before for rapidly rising uneasiness of human

health such as a lifestyle-related disease, metabolic syndrome in late years. Japan addressed this problem with actions of health promotion by

テクニカルデータ発行ミニファイル

日立ハイテックが製品別に発行しているアプリケーションデータシート “ TECHNICAL DATA ” 発行紹介です。

題目	1 μL微量セルによるDNA分析の紹介 Measurement of small quantities of DNA samples using 1μL Cell		
機種	U-0080D形日立ダイオードアレー型バイオ光度計 Model U-0080D Hitachi Diode Array Bio Photometer		
シートNo	UV-VIS No.142	発行日	2006年9月
要約	DNAシーケンサや質量分析計を用いて、核酸や蛋白の分析を行う場合、試料に対する前処理が必要となります。微量で且つ貴重な試料に対しては、その前処理が正確に行われているかの確認が非常に重要となります。これらの確認は一般に分光光度計を用いて行われますが、微量な試料量に対する迅速測定が求められます。 U-0080D形ダイオードアレー型バイオ光度計は、高精度な光学系を有し、貴重な試料を極微量の1μLから測定することが可能な数少ない装置です。 ここでは、U-0080D形による微量のDNAサンプルを1μLセルで測定した例をご紹介します。		

題目	魚肉中の核酸関連物質の分析 Analysis of Nucleotides in fish by HPLC		
機種	L-2000形日立高速液体クロマトグラフ Model L-2000 Series High Performance Liquid Chromatograph		
シートNo	LC No.196	発行日	2007年5月
要約	魚介類の鮮度劣化・腐敗を判断する理化学的指標として、生体内の核酸の酵素分解に着目して決定されるk値(鮮度判定恒数)があります。魚肉中のATP(アデノシン三リン酸)は、死後図1の様に分解され、イノシンとヒポキサンチンを蓄積するようになります。これが鮮度低下とよく一致することから、ATP関連物質の総量に対するイノシンとヒポキサンチンの割合をk値と呼び、魚肉の生鮮度を表す指標となっています。k値が低いほど新鮮で、20%以下が生食、40%以下が煮焼の限界とされています。 これらの成分は高速液体クロマトグラフにより定量することが出来ます。ここでは、ダイオードアレイ検出器(DAD)を用いてこれらの核酸関連物質を測定し、市販のサンマの鮮度判定を行った例をご紹介します。		

題目	室内空気中のアルデヒドの測定 Analysis of Aldehyde in Ambient Air		
機種	L-2000形日立高速液体クロマトグラフ Model L-2000 Series Hitachi High Performance Liquid Chromatograph		
シートNo	LC No.197	発行日	2007年5月
要約	近年、室内空気の汚染が原因と考えられる「シックハウス症候群」が社会的な問題となっています。その原因物質は、ホルムアルデヒドやアセトアルデヒドと考えられています。これらの物質は、室内濃度の指針値が定められ、分析法としては、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン誘導体化固相吸着/溶媒抽出-高速液体クロマトグラフ法が採用されています。ここでは、本方法を用いた室内空気中のアルデヒドの分析例を紹介します。		

題目	食用油中のビタミンEの測定 Analysis of Vitamin E in Cooking Oil		
機種	L-2000形日立高速液体クロマトグラフ Model L-2000 Series Hitachi High Performance Liquid Chromatograph		
シートNo	LC No.198	発行日	2007年5月
要約	ビタミンEは、活性酵素による過酸化脂質の生成を抑制し、老化や動脈硬化を防ぐ働きがあると考えられています。自然界に存在するビタミンEの異性体は、トコフェロール類で4種類、トコトリエノール類で4種類存在することが知られています。ここでは、食品衛生検査指針に基づき、ひまわり油中のトコフェノール類の異性体4成分を分析した結果を紹介します。		

題目	糖、糖アルコールの高感度分析 Analysis of Sugar and Sugar Alcohol		
機種	L-2000形日立高速液体クロマトグラフ Model L-2000 Series Hitachi High Performance Liquid Chromatograph		
シートNo	LC No.199	発行日	2007年5月
要約	糖アルコールは、血糖値の急激な上昇を引き起こさないなどの生理特性を有していますが、高感度な分析方法が見当らず、この開発が望まれていました。そこで、塩酸グアニジン、過ヨウ素酸ナトリウム、ホウ酸を反応液に用いたラベル化による高感度分析方法について検討を行いました。その結果、糖、糖アルコール9成分の高感度一斉分析方法を確立することができました。ここでは、本方法を用いた枝豆などの分析例について紹介します。		

題目	固体試料における蛍光量子収率の測定 Fluorescent quantum yield measurement of solid sample		
機種	F-7000形分光蛍光光度計 Model F-7000 Hitachi Fluorescent Spectrophotometer		
シートNo	FL No.46	発行日	2007年7月
要約	近年、有機ELディスプレイや白色LED光源の省エネルギー化に向けて、高効率蛍光材料の開発が盛んに行われています。これらの蛍光材料の効率評価には、固体状態での蛍光量子収率の測定が有用とされ、実際に利用されています。 固体試料の蛍光量子収率の測定は、日立F-7000形蛍光光度計に付属装置である積分球を搭載することによって可能になります。 今回は、蛍光量子収率が既知の液体試料を固体と見立てて、システムの妥当性を確認し、種々の蛍光体における蛍光量子収率を測定した結果をご紹介します。		

major researches and introductions of new health food systems in 1980s-1990s. Many health foods and functional foods are manufactured in large quantities by private sectors, and the size of the health food market has grown up to reach more than 8.3 billion dollars in 2005. Emphasis has been on not only nutrition and taste, but also health promotion function and safety for foods. Because the multifactor elements of foods are now requested in this way, food analysis, in particular, with HPLC has become more important. We have developed analysis systems specialized for sugars, amino acids, etc with HPLC post-column derivatization methods to meet recent analytical needs. The

methods are superior due to some advantages; reproducibility and quantitability for measuring reaction products after column separation, operability with automation, stability of reagents and remarkably selective for target compounds restricting the influence of contaminants. The sugars analysis system, for example, can detect selectively both reducing sugars and nonreducing sugars by fluorescence with high sensitivity. The configuration and compositions of eluents and reaction reagents (phenylhydrazine) are so simple that you can operate it as easily as a usual LC system. The dynamic range was more than two digits and the minimum limit of detection for xylose was ca 5ng.

ASMS2007レポート

㈱日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 研究開発本部第四部 和氣 泉

米国質量分析学会American Society for Mass Spectrometry(ASMS)の第55回年会が、米国インディアナポリスにて2007年6月4日(月)から7日(木)まで開催されました。本年会は最先端の質量分析技術およびそのアプリケーション技術に関する世界最大の学会で、今年も例年とほぼ同じ1日約580件のポスターと約80件の口頭発表(7つの平行セッション)が4日間続き、合計2,600件程の学術発表があり、また、各メーカーによるブース展示や説明会なども催され、約6,000人が参加いたしました。

発表分野は、今年もバイオ・創薬・メディカル関係を中心として、ポリマー、環境計測、ホームランド・セキュリティなど幅広い分野に跨りました。分析対象の物質としてはタンパクに関係する発表が1,600件程度と最も多く、利用分野としては疾病のメカニズム解明や診断を目的とする臨床研究分野に関係する発表が600件程度と最も大きな割合を占めています。また、幅広い利用分野に適用できる装置技術や分析手法に関する発表も多く、全体の1/5~1/4を占めます。

この学会の大きな特徴は、装置開発者の最新技術発表と装置ユーザの最新アプリケーション発表の双方による相乗的インターアクション、インスピレーション協創にあります。今年の両者のインスパイア接点としては、タンパク関係では、タンパク翻訳後修飾の解析およびタンパクの未消化(直接)解析という、従来の免疫等を用いたタンパク分析手法に比べて、より高精度な疾病メカニズム解明や診断に役立つと期待されている分析アプローチです。今年は、これらの性能を大き

く進展させる電子捕獲解離および電子移動解離という分子イオンの新しい解離技術が大きなフォーカスでした。

日立もこの潮流を捉え、日立ハイテクノロジーズ、中央研究所、日立研究所から合計9件を発表し、その中の4件は、日立の特徴的な翻訳後修飾解析およびタンパク直接解析技術であるハイスルーブットな電子捕獲解離法に関連した発表でした。これは、従来に比して高速な電子捕獲解離をコンパクトなデバイスで実現する技術として大きな注目を浴びました。その結果、学会3日目午前のタンパク直接解析のセッションの基調講演では、この分野の第一人者であるコーネル大学のフレッド・マクラファティー教授から、日立の素晴らしい新技術、として賞賛されました。また、同じく学会3日目夕刻の学会賞の受賞講演では、電子捕獲解離法のパイオニアとして受賞したウプサラ大学のローマン・ズパレフ教授より、日立が電子捕獲解離を初めてコンパクトなイオントラップにて実現した、として詳細なスライドにて紹介されました。

このような要素技術の進展にともなって、従来の「網羅的解析」のみではなく、具体的な疾病のメカニズムに関係するターゲット・タンパクの修飾基やその詳細部位を分析できる時代に入りつつあることを示す多くのアプリケーションも発表されました。

以上のように、「今までは見えなかったものが見えてくる」というワクワク感に包まれた数多くの発表により、本年も、この分野の進展の力強さを象徴する年会となりました。

題目	鉄鋼中の微量金属の分析 Analysis of Trace Elements in steel		
機種	Z-2000形日立偏光ゼーマン原子吸光光度計 Model Z-2000 Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectrophotometer		
シートNo	AA No.115	発行日	2007年7月
要約	<p>鉄鋼試料には大量の共存物が含まれており、JIS G1257ではこれら共存物による干渉を考慮し、As, Al, Sn, Seの分析では鉄鋼試料と同量の純鉄を溶解したものに既知量の目的元素を加え、検量線を作成するマトリックスマッチング法が規定されています。また、Sbの分析では鉄鋼分解液に既知量の目的元素を加え、検量線を作成する標準添加法が用いられています。</p> <p>本規格ではマトリックスマッチング法で分析を行うAs, Al, Sn, Seについて、分光学的干渉を抑制するため、ゼーマン方式のバックグラウンド補正を行うことが規定されています。ここではJIS G1257に則って、Z-2000形日立偏光ゼーマン原子吸光光度計を用いた鉄鋼試料中のSb, As, Al, Sn, Seの分析例をご紹介します。</p>		
題目	偏光ゼーマン原子吸光光度計によるサプリメント中の微量元素分析 Analysis of elements in Supplementary Food by Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectorophotometer		
機種	Z-2000 Z-2300 形日立偏光ゼーマン原子吸光光度計 Model Z-2000 Z-2300 Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectrophotometer		
シートNo	AA No.116	発行日	2007年7月
要約	<p>健康に関する関心の高まりから、栄養補助食品（サプリメント）の需要が高まり、様々な機能性を有した多くの種類のものが市販されています。これらのサプリメントの中には、生体にとって重要な役割を担っている銅、マンガンなど生体微量必須元素を含んだものがあり、含有する元素の精確な濃度管理が必要と考えられています。しかし、サプリメント中には、有機物をはじめとして無機塩など、測定妨害となる夾雑成分が多く含まれており、測定時には、これらの干渉について十分に注意を払う必要があります。そこで、サプリメントなど食品中の共存成分由来のスペクトル干渉を補正可能な日立偏光ゼーマン原子吸光光度計を用い、サプリメント中の元素を分析した例を紹介します。また、今回は特に日立偏光ゼーマン原子吸光光度計と前処理機能付のオートサンプラを組み合わせて精度良く分析した例を紹介します。</p>		

液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS)アプリケーションノート

日立ハイテックが発行している液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS)の“アプリケーションノート”の紹介です。

題目	NanoLC/LIT-TOFMSとIBA(Information Based Acquisition)を用いた擬似患者血清中のマーカータンパク質の同定		
機種	液体クロマトグラフ質量分析計 NanoFrontier		
シートNo	ANLCMS005	発行日	2007年6月
要約	<p>質量分析計(MS)を用いた血清中タンパク質のショットガン解析は、有効なバイオマーカー探索技術の一つとなっている。本実験では既知のマーカータンパク質としてCRPを患者相当量添加した擬似患者血清について、同一イオンの重複MS/MS測定を回避するIBA機能を用いた解析を行った。通常の測定では、強度の弱いCRP由来のペプチドはMS/MS測定されなかったが、IBA機能を用いた繰り返し測定によりMS/MS測定に至り、CRPの同定に成功した。このことは、IBA機能がバイオマーカー探索に有効であることを示している。</p>		

題目	HPLC/ESI-LIT-TOF MSによるマウス脳中のリン脂質の分析		
機種	液体クロマトグラフ質量分析計 NanoFrontier		
シートNo	ANLCMS004	発行日	2007年6月
要約	<p>マウス脳より抽出したPtdGlcを含む脂質抽出物を、なるべく前処理操作を少なくしてHPLC/MS/MS測定し、各脂質クラス相互の分離とPtdGlcの分析を行う系について検討した。</p>		

題目	質量分析計を用いたリン酸化プロテオーム解析		
機種	液体クロマトグラフ質量分析計 NanoFrontier		
シートNo	ANLCMS003	発行日	2007年6月
要約	質量分析計を用いた網羅的なリン酸化プロテオーム解析の試みについてのご紹介。		

題目	質量分析法による糖鎖構造解析		
機種	液体クロマトグラフ質量分析計 NanoFrontier		
シートNo	ANLCMS002	発行日	2007年6月
要約	<p>糖鎖構造解析の現状とその課題を概括し、ここ2、3年研究開発してきた“MS”スペクトルマッチング法”によるMS糖鎖構造解析法の最近の成果についてのご紹介。</p>		

ミニファイルでご紹介しているアプリケーションデータの詳細をご希望の場合は下記のアドレスよりお申込みください。または24ページにご紹介しているS.I.nav(会員制サイト)にご入会いただければ直接インターネットで参照することが出来ます。
http://www.hitachi-hitec.com/science/index_contact.html

新製品紹介 NEW PRODUCTS

Z-2010シリーズ日立偏光ゼーマン原子吸光光度計

ご好評いただいておりますZ-2000シリーズに新機能を搭載して Z-2010シリーズを発売しました。以下の機能追加により、使いやすさをさらに向上させています。

1. グラファイトファーンエス温度プログラム作成機能
乾燥、灰化、原子化温度を段階的に変えて自動測定を行い、最大Absあるいは最小RSDの得られる温度プログラムを作成します。
2. マルチメディアヘルプCD-ROM付属
Z-2000シリーズの基本操作、日常のメンテナンス方法、主要アクセサリの操作などを映像と音声で解説します。

3. 分析データ集CD-ROM付属
800件を超える日立ゼーマン原子吸光光度計の分析例を1枚のCD-ROMに収録しています。



コロナ吸光グレーティングマイクロプレートリーダー SH-1000Lab/SH-1000 発売

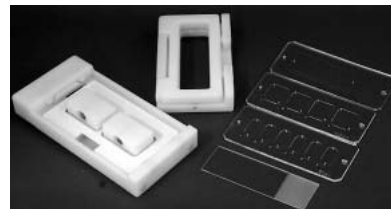
紫外域から近赤外まで(200～1000nm)の波長選択が可能！
 6～384ウェルプレート、さらには10mmセル(オプション)も測定できるなど幅広いニーズにお応えします。グレーティングを採用したことで干渉フィルタ方式に比べ、利便性、コストパフォーマンスに優れています。
 またソフトウェアも測定条件ごとのプロトコル保存、生データや検量線演算結果を直接Excelに取り込め

るなどより使いやすく、親しみやすい機能が満載です。薬事法に対応した医療機器(SH-1000)もご用意しています。

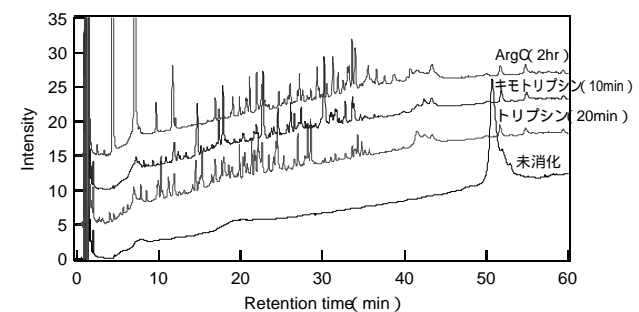


微量溶液反応用 マイクロチャンバーはいぶるクン

スライドガラスに専用のPDMSチップを重ね合わせることで、スライドガラス上に微量の反応槽を形成できます。また専用モーターで振動を与えることで、反応槽内部の溶液を攪拌することができます。プロテアーゼ固定化スライドガラスを用いたタンパク質MS解析の前処理や、DNAマイクロアレイ上でのハイブリダイゼーションに使用可能です。反応槽容量は50 μL, 100 μL, 200 μLを用意しています。
 各種プロテアーゼ固定化スライドガラスはいぶるクンにセットし、



BSAを消化してHPLCで解析しました。未消化BSAの消失およびペプチドの生成が確認されました。括弧内の数値は消化に要した時間を示しています。



ご挨拶

㈱日立ハイテクノロジーズ
代表執行役 社長
大林 秀仁



日頃より、日立ハイテクノロジーズの分析機器をご利用いただき、また本SINews(Scientific Instrument News)をご愛読いただき、誠にありがとうございます。私は、本年4月より、代表執行役社長に就任いたしました。どうぞよろしくお願いいたします。過去1年間は、ライフサイエンス営業統括本部長として、分析機器分野および医用機器分野を担当してまいりましたが、今後は、弊社の他部門で取り扱っております生産・製造装置、工業部材・原料等でも幅広くお世話になることと思います。合わせてよろしくお願い申し上げます。

当社は、㈱日立ハイテクノロジーズとして出発してから、6年目となりますが、自社製造部門、商事部門ともに、ナノテクノロジー、ライフサイエンス、IT、先端材料の分野で、お客さまが求める先端ソリューションをご提供し続けることを目標としております。そのために、お客さま第一主義、現場主義を徹底してまいります。皆さまのお声に耳を傾け、時代・潮流の変化を迅速に事業および経営に反映し、全力でチャレンジしながらソリューションを具現化してまいりたいと考えます。本SINewsもお客さまの最先端研究の報文を軸として編集しておりますが、よりお役に立てる情報提供のひとつとしてさらに充実させてまいります。

どうか皆さま方には、今後もご愛読いただきますよう、また、引き続きご指導とご支援を賜りますようお願い申し上げます。

ご挨拶

㈱日立ハイテクノロジーズ
執行役常務
ライフサイエンス営業統括本部長
増山 正穂



日頃より、日立ハイテクノロジーズの分析機器をご利用いただき、また、ご指導、ご支援を賜り、誠にありがとうございます。

私は、本年4月より、執行役常務、ライフサイエンス営業統括本部長に就任いたしました。どうぞよろしくお願いいたします。入社以来、一貫してバイオ分析機器事業に携わってまいりましたが、このたび、医用システム部門も含めたライフサイエンス事業を統括することとなりました。

近年、ライフサイエンス研究分野においては、より早い臨床的実用化を目指す傾向が顕著で、特に最先端の研究領域では、バイオ分析事業と医用システム事業の垣根が、非常に低くなっております。また、製薬・食品業界に対する製造・安全管理についての各種法規制も、医療機器に対する薬事法による管理に類似する方向性があります。そのような大きな流れの中、従来、研究分野＝バイオ分析機器、臨床検査分野＝IVD自動分析装置と分かれていた事業を有機的に融合させ、ライフサイエンス事業をより力強く展開する所存です。

他方、エレクトロニクス・先端材料等の産業分野においても、開発・評価・品質管理等に用いる分析機器に対するニーズはますます大きくなっております。

自社の製造・開発部門の更なる強化によるお役に立てる製品の提供、輸入先端バイオ分析装置の品揃え等でお客さまのニーズにお応えすべく努めてまいります。

引き続き、本誌のご愛読ならびにご指導、ご支援をよろしくお願い申し上げます。

株式会社日立ハイテクノロジーズ

北海道支店	札幌	(011) 707-3347	本社(サポートセンタ)	東京	(03) 3504-7211	四国営業所	高松	(087) 814-9911
東北支店	仙台	(022) 264-2219	中部支店	名古屋	(052) 219-1881	中国支店	広島	(082) 221-4511
筑波支店	土浦	(029) 825-4801	関西支店	大阪	(06) 4807-2511	九州支店	福岡	(092) 721-3511
			京都営業所	京都	(075) 241-1591			

分析機器に関する各種お問合せは...

お客様サポートセンタ 電話(03)3504-7211

受付時間 8:50~11:50 12:45~17:30(土・日・祝日および弊社休日を除く)

本ニュースは会員情報検索サイト「S.I.navi」でもご覧になれます。

ご入会は無料ですので、下記URLにアクセスください。

<http://www.hitachi-hitec.com/sinavi/>

編集後記

8月の声を聞いてからの梅雨明け宣言で、やっと夏らしい季節となりました。猛暑との長期予測の確率の下振れを期待するこのごろです。7月に入ってから、中越沖地震や参議院選挙での与野党逆転、米国での高速道路の崩壊等、地盤の大きな揺らぎが話題となっています。各種の製造品の安全性、信頼性が問われる事件の多発も気になります。こんなときこそ、計測の信頼性が重要になると、身の引き締まる思いです。

従来は本誌の発行時期を9月としておりましたが、今回、より多くの方に最適なタイミングでご愛読いただけるよう、発行時期を約一カ月前倒しました。8月29日~31日に開催の2007分析展、日立ハイテクプー

スでの展示、説明とリンクしてお楽しみください。

前任の原田から引き継ぎ、本号から、編集人を担当させていただきます。従来以上に読みやすく、皆様のお役に立つ冊子としてお届けできるよう努力してまいりますので、忌憚の無いご意見等お寄せいただきますようお願いいたします。(望月 記)

インターネットホームページ

URL: <http://www.hitachi-hitec.com/science/>
本ニュースに関するお問い合わせは 右記 または、
㈱日立ハイテクノロジーズの上記各事業所へご連絡ください。

㈱日立ハイテクノロジーズ 事業管理部

〒105-8717 東京都港区西新橋1-24-14

電話(03)3504-7811 FAX(03)3504-7756

㈱日立ハイテクノロジーズ

那珂アプリケーションセンタ

〒312-0057 茨城県ひたちなか市石川町11-1
電話(029)354-1970(代)

HITACHI
SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS
AUGUST, 2007 VOL. 50 No. 2

発行 2007年8月27日

編集人 望月 康平

発行人 岡田 務

発行 株式会社日立ハイテクノロジーズ
〒105-8717

東京都港区西新橋1-24-14

電話(03)3504-7811(ダイヤルイン)

印刷 日立インターメディアックス株式会社