JAEA-Technology 2015-031 DOI:10.11484/jaea-technology-2015-031



⁹⁹Mo/^{99m}Tc溶液の 品質検査用分析装置の性能試験(1)

Performance Tests of Radiation Detectors for Inspection of ⁹⁹Mo/^{99m}Tc Solution (1)

鈴木 祐未 中野 寛子 鈴木 善貴 石田 卓也 柴田 晃 加藤 佳明 川又 一夫 土谷 邦彦

Yumi SUZUKI, Hiroko NAKANO, Yoshitaka SUZUKI, Takuya ISHIDA Akira SHIBATA, Yoshiaki KATO, Kazuo KAWAMATA and Kunihiko TSUCHIYA

> 原子力科学研究部門 大洗研究開発センター 照射試験炉センター

Neutron Irradiation and Testing Reactor Center Oarai Research and Development Center Sector of Nuclear Science Research November 2015

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

本レポートは国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。 本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。 なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ(<u>http://www.jaea.go.jp</u>) より発信されています。

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 研究連携成果展開部 研究成果管理課 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村大字白方 2 番地4 電話 029-282-6387, Fax 029-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency. Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to Institutional Repository Section,

Intellectual Resources Management and R&D Collaboration Department, Japan Atomic Energy Agency.

2-4 Shirakata, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

© Japan Atomic Energy Agency, 2015

JAEA-Technology 2015-031

⁹⁹Mo/^{99m}Tc 溶液の品質検査用分析装置の性能試験(1)

日本原子力研究開発機構 原子力科学研究部門 大洗研究開発センター 照射試験炉センター

鈴木 祐未^{*1}、中野 寛子、鈴木 善貴、石田 卓也^{*2}、 柴田 晃、加藤 佳明、川又 一夫、土谷 邦彦

(2015年9月15日受理)

テクネチウム 99m (⁹⁹Tc)は、核医学分野で一般的に使用される放射性同位元素である。国立 研究開発法人日本原子力研究開発機構では、材料試験炉(Japan Material Testing Reactor: JMTR)を用いた放射化法((n, γ)法)によるモリブデン-99(⁹⁹Mo)製造に関する開発研究が行わ れている。一方、2013 年 10 月に「核医学検査薬(テクネチウム製剤)の国産化」として新 規プロジェクトがつくば国際戦略総合特区に採択され、JMTR を用いた⁹⁹Mo/^{99m}Tc 国産化のため の実証試験が計画されている。このため、本プロジェクトの一環として、2014 年に新しい設 備や分析装置を JMTR ホットラボ施設内に整備した。

本プロジェクトにおける分析装置整備の一環として、⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 溶液及びその溶液から抽出 される⁹⁹Tc 溶液等の品質検査のためにγ-TLC アナライザー及び HPLC 用放射線検出器が導入 された。これらの分析装置は、⁹⁹Mo/⁹⁹Tc の代替核種として¹³⁷Cs、¹⁵²Eu を用いて検出感度、分 解能、直線性、エネルギー範囲の選択性などの性能確認試験を行った。この結果、これらの 分析装置を用いることにより、溶液の品質検査の見通しを得た。

本報告書は、それらの性能確認試験結果をまとめたものである。

本報告書は、つくば国際戦略総合特区の「核医学検査薬(テクネチウム製剤)の国産化」の成果の 一部である。

大洗研究開発センター:〒311-1393 茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002

※1 外来研究員

※2 技術開発協力員

JAEA-Technology 2015-031

Performance Tests of Radiation Detectors for Inspection of ⁹⁹Mo/^{99m}Tc Solution (1)

Yumi SUZUKI^{**1}, Hiroko NAKANO, Yoshitaka SUZUKI, Takuya ISHIDA^{**2}, Akira SHIBATA, Yoshiaki KATO, Kazuo KAWAMATA and Kunihiko TSUCHIYA

Neutron Irradiation and Testing Reactor Center Oarai Research and Development Center Sector of Nuclear Science Research Japan Atomic Energy Agency Oarai-machi, Higashiibaraki-gun, Ibaraki-ken

(Received September 15, 2015)

Technetium-99m (^{99m}Tc) is one of the most commonly used radioisotopes in the field of nuclear medicine. In the Japan Atomic Energy Agency (JAEA), the research and development (R&D) have been carried out for production of molybdenum-99 (⁹⁹Mo) by (n, γ) method, a parent nuclide of ^{99m}Tc, with the Japan Material Testing Reactor (JMTR). On the other hand, the new project as "Domestic Production of Medical Radioisotope (Technetium preparation) in Japan" was adopted in the Tsukuba International Strategic Zone on October, 2013 and the demonstration tests will be planned for the domestic production of ⁹⁹Mo/^{99m}Tc with the JMTR. Thus, new facilities and analysis devices were equipped in the JMTR hot laboratory in 2014 as the part of this project.

As the part of the analytical device equipment, the γ -TLC analyzer and the radiation detector connected with the High Performance Liquid Chromatography (HPLC) were installed for quality inspection of the ⁹⁹Mo/^{99m}Tc solution and the extracted ^{99m}Tc solution in the JMTR hot laboratory. The performance tests of these devices such as detection sensitivity, resolution, linearity and selectivity of energy range were carried out with ¹³⁷Cs and ¹⁵²Eu as alternative radionuclides of ⁹⁹Mo and ^{99m}Tc, respectively. In the results, bright prospects were obtained concerning the quality inspection of the ⁹⁹Mo/^{99m}Tc and ^{99m}Tc solutions using these devices.

This report describes the results of those performance tests.

Keywords : Technetium-99m (99m Tc), Molybdenum-99 (99 Mo), (n, γ) method, JMTR Hot Laboratory γ -TLC Analyzer, Radiation Detector

This report is based on the part of results of "Domestic Production of Medical Radioisotope (Technetium preparation) in Japan" under the Tsukuba International Strategic Zone.

※1 : Special Topic Researcher

*2 : Collaborating Engineer

目 次

1. はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	1
2. γ-TLC アナライザーの基本仕様及び性能試験 ·····	2
2.1 γ-TLC アナライザーの基本仕様・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	2
2.2 γ-TLC アナライザーの性能試験方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	4
2.2.1 検出感度及び分解能測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	4
2.2.2 エネルギー選択性測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	5
2.2.3 ⁹⁹ Mo 溶液を用いた薄層クロマトグラフィー・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	6
3. 高速液体クロマトグラフィー(HPLC)用放射線検出器の基本仕様及び性能試験 ·····	7
 3.1 放射線検出器の基本仕様・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	7
 3.2 放射線検出器の性能試験方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	8
3.2.1 エネルギー選択性測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	8
3.2.2 直線性測定	9
3.2.3 繰返し測定による再現性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	9
4. 結果及び考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	1 0
4.1 γ-TLC アナライザーの性能評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	1 0
4.2 放射線検出器の性能評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	25
5. まとめ・・・・・	29
謝 辞	30
参考文献 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	30
付録1 γ-TLC アナライザー 操作マニュアル ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	32
付録2 HPLC 用放射線検出器 操作マニュアル ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	46

Contents

1.	Introduction	1
2.	Specification and performance test of γ -TLC analyzer	2
	2.1 Specification of γ-TLC analyzer	2
	2.2 Performance test method of γ-TLC analyzer	4
	2.2.1 Detection sensitivity and resolution	4
	2.2.2 Energy selectivity	5
	2.2.3 Thin-layer chromatography with ⁹⁹ Mo solution	6
3.	Specification and performance test of radiation detector for HPLC	7
	3.1 Specification of radiation detector	7
	3.2 Performance test method of radiation detector	8
	3.2.1 Energy selectivity	8
	3.2.2 Linearity	9
	3.2.3 Reproducibility	9
4.	Results and discussion	10
	4.1 Performance evaluation of γ-TLC analyzer	10
	4.2 Performance evaluation of radiation detector	25
5.	Conclusion	29
Ac	knowledgments	30
Re	ferences	30
Ap	ppendix 1 Manual of γ-TLC analyzer ·····	32
Ap	ppendix 2 Manual of radiation detector for HPLC·····	46

1. はじめに

テクネチウム 99m(^{99m}Tc、半減期:6.01 時間)は、核医学検査で用いられている放射性同位 体元素(Radio Isotope: RI)のうちのひとつで、骨のがん転移診断や脳・内臓機能検査の際に 広く用いられている。^{99m}Tc は、核異性体転移(Isomeric Transition: IT)によって生じるガン マ線のエネルギーが140.51keV であることから、専用カメラ(ガンマカメラもしくはシンチレ ーションカメラ)の検出特性に適しており、短時間で高画質の像が得られる。また、半減期が 6.01 時間と短く、ベータ線を出さないことから、放射線による患者の被ばくを最小限に出来 ること、様々な化合物と結合しやすい性質があり、これを利用して特定の臓器に集積する薬 剤と結合(標識化)して投与出来ることなどという特徴がある^[1]。

平成 25 (2013)年の日本の核医学検査の年間推定実施件数は約 150 万件であり、その中でも ⁹⁹Tc を用いた製剤は最も多く、約 72 万件となっている^[2]。⁹⁹Tc は、親核種であるモリブデン 99 (⁹⁹Mo、半減期:65.94時間)を原料として製造されている。現在、日本は米国・欧州に次い で世界第3位の⁹⁹Tc 消費国でありながら、⁹⁹Mo を 100%輸入に頼っている。⁹⁹Mo は海外にある 研究炉を用いて、製造されている。しかしながら、近年、研究炉の老朽化に伴う故障・停止 により、世界的に⁹⁹Mo の供給不足が生じるという問題が起こっている。また、平成 22 (2010) 年4月、アイスランドの火山噴火の影響で欧州からの航空輸送が困難となり、一時的に日本 へ⁹⁹Mo を全く輸入出来ない状況に陥り、病院での検査に支障を来たしたことがあった。その 後も断続的に⁹⁹Mo の供給不足が続いており、効率的で低コストな国産⁹⁹Mo製造方法を確立し、 ⁹⁹Mo の安定的な生産と供給を実用化する取り組みが始まっている^[3]。

その一環として、茨城県が推奨するつくば国際総合戦略特区の新規プロジェクトとして、 平成 25(2013)年 10 月に「核医学検査薬(テクネチウム製剤)の国産化」が採択・追加され、 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構(以下、原子力機構)大洗研究開発センターにある 材料試験炉(Japan Materials Testing Reactor: JMTR)及びホットラボ施設を活用して、国産 化技術開発が開始されている^[4]。本プロジェクトを進めるにあたり、JMTR で照射、生成した ⁹⁹Mo から分離・抽出した ⁹⁹Tc が、日本薬局方^[5]及び放射性医薬品基準^[6](以下、放薬基)が定 める放射化学純度の規格と同等であることを検査し、診断薬として各種診断に使用するため の品質評価を行う必要がある。

このため、JMTR に薄層クロマトグラフィー(Thin Layer Chromatography: TLC) により放 射能を測定するための γ -TLC アナライザー及び高速液体クロマトグラフィー(High Performance Liquid Chromatography: HPLC) に接続する放射線検出器(以降、HPLC 用放射 線検出器と称す)を整備した。これらの装置の性能確認試験を行う際に必要な⁹⁹Mo は、上記 のとおり、入手が困難であるため、ほぼ同等のエネルギーを有する代替核種(⁹⁹Mo の代替核 種として¹³⁷Cs、^{99m}Tc の代替核種として¹⁵²Eu)を用いて性能確認試験を行った。本報告書は、 これらの性能確認試験結果をまとめたものである。

2. γ-TLC アナライザーの基本仕様及び性能試験

2.1 γ -TLC アナライザーの基本仕様

薄層クロマトグラフィー(TLC)は、ガラスなどの材質の板の上に、微粒子状の吸着剤を均一 な厚さに塗布した薄層プレートを固定相として用い、移動相である各種の溶媒の毛細管現象 による浸透を利用して、試料中の各成分を極性の違いによって展開分離する方法である。吸 着剤としては、シリカゲル、アルミナ、セルロースなどが主として用いられるが、分離を改 善するために別の吸着剤を混ぜた混合吸着剤が用いられることもある。展開溶媒としては水、 酸やアルカリ、有機溶媒などが用いられているが、通常はそれらを混合して使用している。 これらの吸着剤と溶媒の組み合わせによって、試料中の種々の成分の分離が可能である。薄 層クロマトグラフィーの原理概念図を図 2-1 に示す。

試料は、薄層プレート上にマイクロシリンジや定容量のキャピラリー等を用いて滴下し、 乾燥させた後、展開槽内で、一端から移動相である溶媒を浸透させて展開する。一種類の展 開条件では分離が不十分だった場合、異なった展開溶媒を用いて直角方向に展開操作を行う 二次元展開が利用されることもある。展開後、溶媒を十分に乾燥させた後、各スポットの移 動距離を溶媒の移動距離で割った値(Rf 値: Retention factor)を測定して定性を行う。スポ ットが目で確認できない場合は、そのスポット成分に反応する呈色試薬を噴霧して発色させ る。また、スポット成分が蛍光を発する場合は、水銀ランプなどの光を照射することで確認 できる。紫外線を吸収する成分の場合は蛍光剤入りの薄層プレートを用いれば、紫外線を照 射することにより確認できる^[7]。



⁹⁹Mo/^{99m}Tc 製造試験において、JMTR で照射した高密度 MoO₃ペレットを溶解後、得られた ⁹⁹Mo 溶液中の ⁹⁹Mo/^{99m}Tc 化学形態を確認するとともに、得られた ^{99m}Tc 溶液の品質検査のために、 試料を展開する際に用いる TLC 用展開槽と γ-TLC アナライザーを整備した。TLC 用展開槽の 外観写真を図 2-2 に示す。また、TLC 用展開槽に薄層プレートを取り付け、展開後、薄層プ レート上の試料から発するガンマ線を検出するための γ-TLC アナライザーの仕様及び外観写 真をそれぞれ表 2-1 及び図 2-3 に示す。TLC 用展開槽と γ-TLC アナライザーを用いて、以下 の性能試験を行った。



図 2-2 TLC 用展開槽外観写真

メーカー	レイテスト社
ディテクター	BGO-V シンチレーションプローブ
検出範囲	25×200 mm
TLC プレート	最大 50×200mm 1 枚
サンプルトレース	1 回
感度 ¹²⁹ I	20Bq in 10min
感度 ¹⁸ F	10Bq in 10min
分解能 ¹²⁹ I	<2mm
分解能 ¹⁸ F	<1mm
直線性	10^{5}

表 2-1 γ-TLC アナライザーの概要^[8]



図 2-3 γ-TLC アナライザー外観写真

2.2 γ-TLC アナライザーの性能試験方法

γ-TLCアナライザーの性能試験は、①検出感度及び分解能、②エネルギー範囲の測定、③ ⁹⁹Mo及び^{99m}Tcを用いたエネルギー範囲の測定を行った。なお、①、②の性能試験では、⁹⁹Mo 及び^{99m}Tcの半減期が短く、定常的に核種を入手することが困難であることから、これらの核 種と比較的近いガンマ線エネルギーを示し、半減期が長く入手しやすい核種を選定し、性能 試験を行うこととした。具体的には、⁹⁹Mo(739.5keV)の代替核種は¹³⁷Cs(661.66keV)、^{99m}Tc (140.51keV)の代替核種は¹⁵²Eu(121.78keV)を使用した^[9]。

2.2.1 検出感度及び分解能測定

まず、 γ -TLC アナライザーの検出感度測定を行った。検出感度測定用薄層プレートは、薄 層プレートの所定の位置に¹⁵²Eu 溶液(155.4kBq/mL)をマイクロピペットにて 3 μ L を 2 回、 計 6 μ L(¹⁵²Eu: 933Bq 相当)滴下し、作製した。作製した検出感度用薄層プレート試料の概 念図を図 2-4 (1) に示す。¹⁵²Eu 溶液の滴下位置は、プレート端から 20mm の位置を原点とし、 原点から 150mm(プレート端から 170 mm)まで展開したと仮定し、決定したものである。実 際の^{99m}Tc を含む溶液を原点(プレート端から 20mm)に滴下し、アセトンを展開溶媒として 150 mm展開させると、^{99m}Tc は過テクネチウム酸(^{99m}Tc0₄⁻⁻)の化学形態であれば、展開先端(プ レート端から 170 mm)へ移動する。

作製した検出感度用薄層プレート試料をγ-TLCアナライザーの測定台にセットし、測定エ ネルギー範囲を 30~750keV として¹⁵²Eu の測定を行った。なお、測定時間は 30 分間とし、同 一の検出感度用薄層プレート試料を 10 回繰り返して測定した。

測定後、得られた¹⁵²Euのピークについて、γ-TLCアナライザーのデータ処理ソフト (Gina

Star TLC)によりピークを選定し、それぞれの測定のピークの Rf 値と面積値を求め、10 回の測定値の平均値、標準偏差(σ)と変動係数(Coefficient of Variation: CV 値)を算出した。なお、今回の測定においては、JIS K 0124 の 10(定量分析)^[10]に基づいて、ピークの形状から、ピーク始点及び終点(ベースライン)を決定した。面積値の平均値、 σ 及び¹⁵²Euの放射能量の値を用いて、¹⁵²Euの検出下限値(Bq)を算出した。

次に、 γ -TLC アナライザーの分解能測定を行った。分解能用薄層プレート試料は、薄層プレートに 10 mm間隔の位置で¹⁵²Eu 溶液 (155.4kBq/mL) をマイクロピペットにて 3 μ L を 2 回、計 6 μ L (¹⁵²Eu : 933Bq 相当) を 6 個所に滴下し、作製した。作製した分解能用薄層プレート 試料の概念図を図 2-4 (2) に示す。作製した分解能用薄層プレート試料を γ -TLC アナライザーの測定台にセットし、測定エネルギー範囲を 30~750keV として¹⁵²Eu の測定を行った。なお、測定時間は 1 時間とした。



測定後、得られた¹⁵²Euのピーク形状より、近接したスポットでのピークの分離性を調べた。

図 2-4 薄層プレート試料の概念図

2.2.2 エネルギー選択性測定

 γ -TLCアナライザーのエネルギー選択性測定を行った。エネルギー選択性用薄層プレート 試料は、薄層プレートの原点(プレート端から 20mm)及び展開先端(プレート端から 170mm) の2個所に¹⁵²Eu 溶液(155.4kBq/mL)をマイクロピペットにて 3µLを2回、計 6µL(¹⁵²Eu: 933Bq 相当)、薄層プレートの原点(プレート端から 20mm)の1個所に¹³⁷Cs 溶液(189.0kBq/mL) をマイクロピペットにて 3µLを2回、計 6µL(¹³⁷Cs: 1134Bq 相当)滴下し、作製した。作 製したエネルギー選択性用薄層プレート試料の概念図を図 2-5 に示す。 作製したエネルギー選択性用薄層プレート試料をγ-TLCアナライザーの測定台にセットし、 測定エネルギー範囲を①30~750keV、②30~200keV、③30~140keV、④200~750keV、⑤600 ~750keVの5種類の条件で¹⁵²Euもしくは¹³⁷Csの測定を行った。なお、測定時間は測定エネ ルギー範囲①、②、④及び⑤の条件では30分間、測定エネルギー範囲③の条件では1時間と した。

測定後、得られた¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs のピークについて、 γ –TLC アナライザーのデータ処 理ソフトにより、それぞれの Rf 値と面積値を求め、滴下した¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs の放射能に 対するピーク面積値の比較を行った。



図 2-5 エネルギー選択性用薄層プレート試料の概念図

2.2.3 ⁹⁹Mo 溶液を用いた薄層クロマトグラフィー

代替核種(¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs)を用いた性能試験の後、少量の⁹⁹Mo 溶液を用いて、薄層クロ マトグラフィーを行った。

まず、⁹⁹Mo 溶液(0.9%-NaCl 溶液、放射平衡により ⁹⁹Tc を含む)を薄層プレートの端から 20mm の位置に適量滴下し、⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 用薄層プレート試料を作製した。この薄層プレート試料を十 分乾燥させた後、 γ -TLC アナライザーの測定台にセットし、測定エネルギー範囲を①30~ 750keV 及び②30~200keV として、⁹⁹Mo 及び ⁹⁹Tc の測定を行った。なお、測定時間は 5 分間と した。

次に、この⁹⁹Mo/^{99m}Tc 用薄層プレート試料を図 2-2 に示す TLC 用展開槽にセットし、アセト ンを展開溶媒とし、スポット位置(原点)から 150mm 展開させた。この薄層プレート試料を十 分乾燥させた後、γ-TLC アナライザーの測定台にセットし、測定エネルギー範囲を③30~ 750keV、④30~200keV 及び⑤200~750keV として、⁹⁹Mo 及び^{99m}Tc の測定を行った。なお、測 定時間は5分間とした。

これらの測定後、得られた⁹⁹Mo もしくは⁹⁹Tc のピークについて、γ-TLC アナライザーのデ ータ処理ソフトにより、それぞれの Rf 値とピーク面積値を求め、滴下した⁹⁹Mo もしくは⁹⁹Tc の放射能に対するピーク面積値の比較を行った。

3. 高速液体クロマトグラフィー(HPLC)用放射線検出器の基本仕様及び性能試験

3.1 放射線検出器の基本仕様

固定相と、液体の移動相との平衡の場において、種々の化合物を相互作用(吸着、分配、イ オン交換、分子サイズ等)の差によって分離する手法を液体クロマトグラフィー(Liquid Chromatography:LC)といい、カラムの分離能を向上させて、移動相を高速で送液し、短時間 で高分解能が得られるようにしたものを高速液体クロマトグラフィー(High Performance Liquid Chromatography:HPLC)という。

カラムは通常、内径 1~12mm、長さ 5~30cmのステンレススチール管で、直径 3~10µmの 微小な充填剤(固定相)が緻密に充填されている。また、内径 1mm 未満のミクロカラムや 12~ 50mmのセミ分取カラムが使用されることもある。クロマト管材質として、ステンレスのほか にガラスやプラスチックなどが用いられる。カラムはカラム槽中に格納され、一定温度に保 たれる。送液ポンプは装置の中枢となるもので、往復動計小プランジャポンプが最も多く用 いられており、安定で定量的な送液を行うために、プランジャの駆動法に様々な工夫がなさ れている。通常、0.01~9.9mL/minの送液流量範囲と、400kg/cm²程度の吐出圧力を有するポ ンプが使用され、経済性や保守性もまた重視される。検出器として最もよく利用されるのは 化合物の紫外・可視部の吸光度を検出する吸光光度検出器で、通常 8~10µL 程度のフローセ ルが装着されている。屈折率の変化を測定する示差屈折計検出器や蛍光検出器、電気化学検 出器、電気伝導度検出器、質量分析計などもしばしば用いられる^[11]。

⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 製造試験において、JMTR で照射した高密度 MoO₃ペレットを溶解後、得られた ⁹⁹Mo 溶液もしくは ⁹⁹Tc 溶液中に混入するメチルエチルケトン(MEK)量の評価や抽出した ⁹⁹Tc 溶液 の標識試薬との標識化を評価するための品質検査用分析機器として、試料溶液中のガンマ線 を測定するための放射線検出器を整備した。なお、本装置は性能試験が完了した後、HPLC に 接続させる予定である。HPLC 用放射線検出器の基本仕様及び外観写真をそれぞれ表 3-1 及び 図 3-1 に示す。

メーカー	レイテスト社
ディテクター	1×1インチ NaI (T1) シンチレーションプローブ
セルボリューム	100 μ L
検出エネルギー範囲	10-150keV
シールド	15mm 鉛
検出チャンネル	2 チャンネル
感度 ^{99m} Tc	10Bq
コントロール	キーパッド/リモート

表 3-1 HPLC 用放射線検出器の装置概要^[8]



図 3-1 HPLC 用放射線検出器の外観写真

3.2 放射線検出器の性能試験方法

HPLC 用放射線検出器の性能試験は、①代替核種¹³⁷Cs 及び¹⁵²Eu を用いたエネルギー選択性の測定、②直線性及び③繰返し測定による再現性について測定を行った。なお、γ-TLC アナライザーの際と同様に、⁹⁹Mo 及び^{99m}Tc の半減期が短く、定常的に核種を入手することが困難であることから、これらの核種と比較的近いガンマ線エネルギーを示し、半減期が長く入手しやすい核種を使用した。具体的には、⁹⁹Mo (739.5keV)の代替核種は¹³⁷Cs (661.66keV)、^{99m}Tc (140.51keV)の代替核種は¹⁵²Eu (121.78keV)を使用した。

性能試験は、HPLC 用放射線検出器に接続した通液ラインに¹⁵²Eu 溶液もしくは¹³⁷Cs 溶液を 送液ポンプにて送液し、¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs の測定を行った。使用したポンプは、ポータブル フローアナライザー PFA-310N0(東京化成工業株式会社製)のポンプを使用し、キャリア溶液 として純水を流速 1mL/min で通液した。HPLC 用放射線検出器の性能試験に係る系統図を図 3-2 に示す。

3.2.1 エネルギー選択性測定

HPLC 用放射線検出器のエネルギー選択性の測定を行った。図 3-2 に示した試験系統に約 1000Bq の ¹⁵²Eu 溶液または ¹³⁷Cs 溶液を、放射線検出器に接続した通液ラインに注入し、送液 ポンプを用いて送液し、¹⁵²Eu もしくは ¹³⁷Cs の測定を行った。¹⁵²Eu 溶液または ¹³⁷Cs 溶液の注 入量は 1mL とし、それぞれ 2 回ずつ通液した。

測定後、得られた¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs のピークについて、放射線検出器のデータ処理ソフトにより、それぞれのピーク面積値を求め、注入した¹⁵²Eu もしくは¹³⁷Cs の放射能に対する ピーク面積値との比較を行った。



図 3-2 HPLC 用放射線検出器の性能試験に係る系統図

3.2.2 直線性測定

HPLC 用放射線検出器の直線性について、図 3-2 に示した試験系統に放射能量(200Bq、500Bq、 1000Bq、2000Bq 及び 4000Bq)の¹⁵²Eu 溶液をそれぞれ放射線検出器に接続した通液ラインに一 定量注入し、¹⁵²Eu の測定を行った。それぞれの¹⁵²Eu 溶液の注入量は 1mL とした。

測定後、得られた¹⁵²Euのピークについて、放射線検出器のデータ処理ソフトにより、それ ぞれのピーク面積を求め、注入した¹⁵²Euの放射能に対するピーク面積との比較を行った。

3.2.3 繰返し測定による再現性

HPLC 用放射線検出器の繰返し測定による再現性について、図 3-2 に示した試験系統に約 1000Bqの¹⁵²Eu 溶液を放射線検出器に接続した通液ラインに10回、1mL ずつ一定量注入し、¹⁵²Eu の測定を行った。

測定後、得られた¹⁵²Euのピークについて、放射線検出器のデータ処理ソフトにより、それ ぞれのピーク面積値を求め、標準偏差(σ)と変動係数(CV値)を算出した。

4. 結果及び考察

4.1 γ -TLC アナライザーの性能評価

γ-TLC アナライザーの検出感度を評価するために行った¹⁵²Eu の 10 回の繰り返し測定結果 を図 4-1(1)~(5)に、Rf 値及びピーク面積値と、CV 値を表 4-1 に示す。測定結果より、¹⁵²Eu の 10 回繰り返し測定による CV 値は、Rf 値が 0.48%、ピーク面積値が 1.18%と、どちらも 5% 以下であり、再現性が良好であることを確認した。

また、¹⁵²Euの10回繰り返し測定によるピーク面積値と¹⁵²Euの放射能濃度(933Bq)より、 式(4-1)から¹⁵²Eu 1Bq当たりの面積値を求めた。

¹⁵²Eu 1Bq当りの面積値=
$$\frac{10$$
回測定の平均面積値
¹⁵²Eu(Bq)(4-1)

上記の式より、¹⁵²Eu の 1Bq 当たりの面積値は 2.299 となった。次に、面積値の σ と、この 値を用いて σ に相当する Bq 数を求めた。

$$\sigma$$
に相当するBq数 (Bq) = $\frac{\sigma}{^{152}Eu \ 1Bq}$ 当たりの面積値 ·········· (4-2)

式(4-2)より、σに相当する Bq 数は 11Bq と算出した。この値を 2 倍した値(2 σ)をγ-TLC アナライザーによる¹⁵²Eu の検出下限値とした。この結果、γ-TLC アナライザーによる検出下 限値(¹⁵²Eu: 30~750keV)は 22Bq であった。

次に、γ-TLC アナライザーの分解能を評価するために行った測定結果を図 4-2 に示す。10mm おきの細かい間隔でも、6 個のピークが完全に分離して検出され、十分な分解能を有するこ とを確認した。スポット位置の中心に近いほどベースラインの上昇がみられるが、これは近 接した位置にスポットされた¹⁵²Euのガンマ線の影響により、バックグラウンドが上昇したた めと考えられる。

γ-TLC アナライザーの各エネルギー範囲(5 条件)における測定結果を図 4-3(1)~(3)に、 検出された各ピークの面積値を表 4-2 に示す。

まず、¹⁵²Eu と¹³⁷Cs の 30~750keV の範囲内にある主なエネルギーを以下に示す。なお、() 内の数値は、放出割合を示す^[9]。

¹⁵²Eu: 121.78keV(28.4%)、244.7keV(7.49%)、344.28keV(26.6%)、411.12keV(2.23%)、443.98keV(2.78%)、586.29keV(0.46%)、678.58keV(0.46%)、688.68keV(0.83%)
 ¹³⁷Cs: 661.66keV(85.1%)

全エネルギーのピークを検出するために、測定エネルギーの範囲を①30~750keVと設定し、 測定を行った。ピークは原点付近(origin)と先端付近(front)から検出されており、原点付近 のピークがより大きい結果となった。これは、原点付近に¹⁵²Eu と¹³⁷Cs を滴下したことから、 このピークは¹⁵²Eu 及び¹³⁷Cs の上記エネルギーの全てのガンマ線を検出したためと考えられ る。次に、低エネルギー側での測定を行うため、②30~200keV での測定を行った。ピークは ①と同様に原点付近と先端付近にそれぞれピークが検出されたが、①の測定条件よりも、ピ ーク幅が狭くなった。これは、エネルギー範囲を 30~200keV としたために、¹⁵²Eu (121.78keV) のみのピークになったためと考えられる。さらに、低エネルギー側での測定を行うために、 エネルギー範囲を③30~140keV として測定を行った。この結果、原点付近と先端付近のピー クの高さの差は、②の測定条件よりも縮まった。ここで、測定条件②及び③では、原点付近 と先端付近で検出される二つのピークはどちらも¹⁵²Eu (121.78keV)であり、そのピーク面積に 差は見られないと考えていたが、実際に測定を行った結果、どちらの測定条件でも原点付近 のピーク面積値の方が大きい結果となった。これは、薄層プレートに¹⁵²Eu を滴下する際、滴 下量 3µL と非常に少量の¹⁵²Eu 溶液を 2 回、計 6µL で測定試料を作製したため、その誤差が 生じたものと考えられる。

エネルギー範囲を④200~750keV に設定して測定を行った結果、原点付近と、先端付近に 僅かながらピークが見られた。先端付近のピークは、¹⁵²Euの244.7keV、344.28keV、411.12keV、 443.98keV、586.29keV、678.58keV 及び 688.68keV のエネルギーを検出したものと考えられ る。次に、エネルギー範囲をより高エネルギー側に絞り、⑤600~750keV で測定を行った結 果、先端付近にはピークは検出されなくなり、原点付近のピークのみとなった。このエネル ギー範囲内には¹⁵²Eu(678.58keV、688.68keV)が含まれているが、放出割合が 0.46%、0.83%と 少量のため、検出されずに、原点付近に滴下した¹³⁷Cs(661.66keV)のみが検出されたと考えら れる。以上のことから、測定時のエネルギー範囲を適切に設定することにより、選択制を有 することができた。

実際の⁹⁹Mo 溶液を用いて、展開前後の薄層プレートを作製し、γ-TLC アナライザーによる 放射能測定結果をそれぞれ図 4-4 及び図 4-5(1)、(2)に示す。また、展開前後に検出された ⁹⁹Mo 及び⁹⁹TC に関係する各ピーク面積値を表 4-3 に示す。

まず、30~750keVでのエネルギー範囲における展開前後の測定結果を比較した。この結果、 展開前は原点付近のみにピークが検出されたが、展開後は原点付近と先端付近からピークが 検出された。また、展開前のピーク面積値と、展開後の二つのピーク面積値の合計は近しい 値となった。展開後、二つのピークが検出された原因は、30~750keVにエネルギーを有する 核種(⁹⁹Mo、⁹⁹Tc)が先端付近にまで移動したことによるものと考えられる。また、展開後のピ ーク面積値の和が僅かながら低い値である原因は、展開前後の測定時間の差(約2時間)によ る減衰によるものと考えられる。

⁹⁹Mo 及び ⁹⁹Tc の 30~750keV における主なエネルギーは以下の通りである。なお、()内の 数値は、放出割合を示している^[9]。

⁹⁹Mo: 40.58keV(1.05%)、140.51keV(4.5%)、181.07keV(5.99%)、366.42keV(1.2%)、 739.5keV(12.1%)

^{99m}Tc : 140.51keV(89.1%)

これらのエネルギー値より、30~200keVの測定条件では、⁹⁹Mo(40.58keV、140.51keV、 181.07keV)及び⁹⁹Tc (140.51keV)のどちらも検出される。一方、200~750keVの測定条件では、 ⁹⁹"Tc は検出されず、⁹⁹Mo のみ(366.42keV、739.5keV)が検出されると推測される。以上のこと を踏まえ、30~200keV にて測定した結果、展開前は原点のみにピークが検出されているが、 展開後は原点付近と先端付近からピークが検出された。測定エネルギー範囲 30~750keV で測 定を行った時と同様に考えると、アセトンで展開することによって、⁹⁹Mo または ⁹⁹Tc、及び そのどちらもが先端付近へ移動し、検出されたものと考えられる。また、展開前のピーク面 積値と、展開後の二つのピーク面積値の合計は近しい値であり、展開後の二つのピーク面積 値の合計が僅かに小さい値となっている原因は、前述と同様に、⁹⁹Mo または ⁹⁹Tc の減衰によ るものと考えられる。次に、展開後の薄層プレートを^{99m}Tc(140.51keV)のガンマ線を検出しな い 200~750keV のエネルギー範囲で測定を行った結果、先端付近のピークは検出されず、原 点付近のピークのみ検出された。このエネルギー範囲では、⁹⁹Moのみの検出であることから、 先端付近のピークには ⁹⁹Mo は含まれておらず、⁹⁹Tc のみであるということが示唆される。さ らに、展開の先端へ移動する ⁹⁹Tc は、⁹⁹TcO₄-(過テクネチウム酸)のみの化学形態であること から、本測定により、⁹⁹Mo 溶液中に含まれている⁹⁹Tc が⁹⁹TcO₄の化学形態で存在している ことが分かった。以上のことより、本測定によって ⁹⁹Tc の化学形態の同定も可能であること を確認した。



(1)第1回目 繰返し検出感度測定





図 4-1(1) γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度測定結果



(3) 第3回目 繰返し検出感度測定





図 4-1(2) γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度測定結果



(5)第5回目 繰返し検出感度測定





図 4-1(3) γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度測定結果



(7)第7回目 繰返し検出感度測定



(8)第8回目 繰返し検出感度測定

γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度測定結果 図 4-1(4)



(9)第9回目 繰返し検出感度測定

⁽¹⁰⁾第10回目 繰返し検出感度測定



図 4-1(5) γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度測定結果

測定回数	Rf 値	全面積值	¹⁵² Eu 面積率	面積値
1	1.016	12199	17.81	2173
2	1.004	12394	17.05	2113
3	1.011	12600	17.13	2158
4	1.003	11305	19. 43	2197
5	1.006	11383	18.71	2129
6	1.004	11307	18.85	2131
7	1.016	11125	19.20	2136
8	1.008	10987	19. 52	2145
9	1.008	10942	19.65	2150
10	1.0013	11096	19.12	2122
平均	1.0089	-	_	2145.4
σ	0.004886	_	_	25.31
CV (%)	0. 48	_	_	1. 18

表 4-1 γ-TLC アナライザーの繰返し検出感度の測定値





図 4-2 γ-TLC アナライザーの分解能測定結果



① ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-750keV

② ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-200keV



図 4-3(1) 代替核種(¹³⁷Cs 及び¹⁵²Eu)を用いた γ-TLC アナライザーの性能試験結果



③ ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-140keV

④ ガンマ線エネルギー測定範囲: 200-750keV



図 4-3(2) 代替核種(¹³⁷Cs 及び ¹⁵²Eu)を用いた γ-TLC アナライザーの性能試験結果



⑤ ガンマ線エネルギー測定範囲:600-750keV

図 4-3(3) 代替核種(¹³⁷Cs 及び¹⁵²Eu)を用いた γ-TLC アナライザーの性能試験結果

エネルギー範囲	测学哇胆	面積値(counts)			
(keV)	側正時间	Origin	Front	差分	
30-750	30分間	3422	1589	1833	
30-200	30分間	959	580	379	
30-140	1時間	1415	1064	351	
200-750	30分間	2502	722	1780	
600-750	30分間	895	-	-	

表 4-2 各エネルギー範囲での面積値



①ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-750keV(展開前)

②ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-200keV(展開前)



図 4-4 ⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 溶液のγ-TLC アナライザーの性能試験結果(展開前)





②ガンマ線エネルギー測定範囲: 30-200keV(展開後)



図 4-5(1) ⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 溶液の γ-TLC アナライザーの性能試験結果(展開後)



③ガンマ線エネルギー測定範囲:200-750keV(展開後)

図 4-5(2) ⁹⁹Mo/⁹⁹Tc 溶液の y-TLC アナライザーの性能試験結果(展開後)

	面積値(counts)				
エネルキー範囲 (keV)	展開前		展開後		
(KEV)	origin	front	origin	front	合計
30-750	3366	_	2177	1037	3214
30-200	2300	_	1043	1134	2177
200-750	-	_	1356	—	_

表 4-3 各エネルギー範囲での展開前後の面積値

4.2 放射線検出器の性能評価

¹⁵²Eu 溶液(1000Bq)と¹³⁷Cs 溶液(1000Bq)を用いて、HPLC 用放射線検出器のエネルギー範囲 における測定結果を図 4-6 に示す。¹⁵²Eu 溶液は、測定開始 1 分 30 秒経過後と 4 分経過後の 計 2 回注入した。この結果、2 回の注入に対し、2 回ともピークが検出された。¹³⁷Cs 溶液も 同様に測定開始 1 分 30 秒経過後と 4 分経過後の計 2 回、注入を行った。その結果、2 回と も明確なピークは観測されなかった。これは、本検出器のエネルギー範囲が 10-150keV で あり、¹³⁷Cs (661. 66keV)のガンマ線エネルギーが検出範囲よりも高いためである。このこと より、エネルギー値による選択性を有することを確認した。

HPLC用放射線検出器の直線性を測定したクロマトグラム及び¹⁵²Euの濃度とピーク面積を それぞれ図 4-7 及び表 4-4 に示す。測定開始から 5 分経過後から、異なった濃度の¹⁵²Eu 溶 液を 1mL ずつ注入した。この結果、¹⁵²Eu の濃度に対するピークの高さの依存性が観測され た。この結果に基づいて、横軸に¹⁵²Eu 濃度を縦軸にピーク面積値として整理した結果を図 4-8 に示す。この結果、¹⁵²Eu 濃度とピーク面積とは、相関係数(R²)=0.9994 と良好な直線関 係を示すことが分かった。

¹⁵²Eu(1000Bq)を用いての、HPLC 用放射線検出器の繰返し測定結果及びそのピーク面積を それぞれ図 4-9 及び表 4-5 に示す。この結果、ピーク面積値はほぼ 240 であり、10 回測定 のピーク面積値の CV 値は 3.6%と 5%未満であり、良好な再現性を有することが分かった。



(1) エネルギー範囲(選択性):¹⁵²Eu 測定結果

(2) エネルギー範囲(選択性):¹³⁷Cs 測定結果



図 4-6 HPLC 用放射線検出器のエネルギー範囲選択性確認試験結果





図 4-7 HPLC 用放射線検出器の直線性確認試験結果1:クロマトグラム

	11 Lu Villio C C	ノ山頂
ピーク#	¹⁵² Eu (Bq)	ピーク面積
_	0	0
1	200	62.01
2	500	112.02
3	1000	229.83
4	2000	445.02
5	4000	861.48

表 4-4 ¹⁵²Eu の濃度とピーク面積



図 4-8 HPLC 用放射線検出器の直線性確認試験結果 2:直線性グラフ



図 4-9 HPLC 用放射線検出器の繰り返し測定による再現性測定結果

ピーク#	ピーク面積値
1	253. 5
2	237.5
3	250.0
4	243. 1
5	251.1
6	233. 5
7	241.3
8	259.9
9	237.7
10	236. 5
平均	244. 4
σ	8.727
CV (%)	3. 57

表 4-5 ¹⁵²Eu の 10 回繰り返し測定結果

5. まとめ

つくば国際総合戦略特区のプロジェクトである「核医学検査薬(テクネチウム-99m)の国産 化」の試験研究を進めるにあたり、 γ -TLC アナライザー及び HPLC 用放射線検出器を整備し た。整備後、これらの分析機器について、⁹⁹Mo(739.5keV)の代替核種として¹³⁷Cs(661.66keV)、 ^{99m}Tc(140.51keV)の代替核種として¹⁵²Eu(121.78keV)を用いた性能試験を行った。この結果、 以下のことが分かった。

(1) γ-TLC アナライザー

¹⁵²Eu を使用した繰返し測定の結果、CV 値は、Rf 値が 0.48%、ピーク面積値が 1.18%と どちらも 5%未満と精度の高い測定が可能である。また、10mm 間隔では近接する ¹⁵²Eu から のガンマ線の影響があるものの、ピークの分離は可能である。さらに、測定するエネルギー 範囲(選択性)を適切に設定することにより、核種の選択性を確認することが可能である。こ れらの性能を確認した後、⁹⁹Mo/^{99m}Tc 溶液を用いて、アセトンによる展開後に測定を行った 結果、先端へ移動する ^{99m}Tc の化学形態(^{99m}Tc0₄⁻)も確認することが可能である。 (2) HPLC 用放射線検出器

本放射線検出器のエネルギー範囲(10~150keV)を利用して、¹⁵²Eu(121.78keV)のピークの みが検出され、¹³⁷Cs(661.66keV)のピークは検出されないことを確認した。また、濃度の異 なる¹⁵²Eu 溶液(200~4000Bq)の測定から、良好な直線性を有することが分かった。さらに、 ¹⁵²Eu 溶液(1000Bq)の繰返し測定から、ピーク面積値の CV 値が 3.57%と 5%未満であり、良 好な再現性であった。これにより、⁹⁹Mo/^{99m}Tc 溶液を測定する際にも、^{99m}Tc(140.51keV)のみ の測定が可能であることが確認できたと考えられる。

今回の性能試験では、⁹⁹Mo 及び^{99m}Tc の使用は低放射能量でかつγ-TLC アナライザーのみで あったため、今後、実際の高放射能の⁹⁹Mo/^{99m}Tc 溶液を使用したときの挙動について調べる必 要がある。また、HPLC 用放射線検出器については、HPLC と接続して使用することから、試料 の分離特性等について、重点的に調べる必要がある。これらの検討項目を踏まえて、JMTR で 作製した⁹⁹Mo 溶液及び^{99m}Tc 溶液を使用し、放薬基として定められている放射化学純度を評価 する。

謝辞

本分析機器の整備は、つくば国際総合戦略特区・財政支援(総合特区推進調整費)により、 整備されたものであり、「核医学検査薬(テクネチウム製剤)の国産化」プロジェクトの元、JMTR で行う実証試験準備として行ったものである。本整備にあたっては、茨城県企画部科学技術 振興課国際戦略総合特区推進室の職員の方々に甚大なご支援をいただきました。

本報告書をまとめるにあたり、大洗研究開発センター 荒木政則副所長(兼 原子力科学研 究部門 照射試験炉センター長)に有意義なご指導を頂くとともに、大洗研究開発センター 安全管理部 環境監視線量計測課 橋本周課長代理に有意義なご助言を頂きました。また、 JMTR ホットラボ施設内での整備にあたっては、大洗研究開発センター 照射試験炉センター 材料試験炉部 ホットラボ課及び安全管理部 放射線管理第2課の職員に多大なご協力を頂 きました。以上の方々に、深甚なる謝意を表します。さらに、本装置の性能試験にあたって は、(株) 化研・蓼沼克嘉社長をはじめ、社員の方々にご協力をいただきました。ここに深く 感謝の意を表します。

参考文献

- [1] 稲葉良和、石川幸治、飯村光一他、「溶液照射法による⁹⁹Mo 製造に関する研究(1) -未 照射下におけるモリブデン酸塩水溶液の特性評価-、JAEA-Technology 2009-012、(2009)、 p. 80.
- [2] 日本アイソトープ協会 医学・薬学部会全国核医学診療実態調査専門委員会、"第7回

全国核医学診療実態調査報告書"、RADIOISOTOPES、vol. 62(8)、pp. 545-608(2013).

- [3] モリブデン-99/テクネチウム-99mの安定供給のための官民検討会、"「我が国のテクネチウム製剤の安定供給」に向けてのアクションプラン"、pp. 1-3(2011).
- [4] つくば国際戦略総合特区ウェブページ: "Project6 核医学検査薬(テクネチウム製剤)の国産化"、http://www.tsukuba-sogotokku.jp/project/project6/(accessed 2015.8.30).
- [5] 厚生労働省:"第十六改正日本薬局方"、平成 23 年 3 月 24 日、厚生労働省告示第 65 号 (2011).
- [6] 厚生労働省:"放射性医薬品基準"、平成 25 年 3 月 29 日、厚生労働省告示第 83 号(2013).
- [7] 社団法人日本分析機器工業会: "分析機器の手引き(第16版)"、p.77(2008).
- [8] エムエス機器(株): "Grow and Continue 2015 CATALOG 2015 年エムエス機器総合カタ ログ"、p.66 (2015).
- [9] 一宮 勉、成田 孟、喜多尾憲助: "RADIOISOTOPES"、vol. 45 No. 7、pp. 446-475 (1996).
- [10] 経済産業省: "日本工業規格 JISK 0124:2011 高速液体クロマトグラフィー通則"、p. 33 (2011).
- [11] 社団法人日本分析機器工業会: "分析機器の手引き(第16版)"、p.71(2008).

付録1 γ-TLC アナライザー 操作マニュアル

- 1. 装置の立ち上げ
- (1) γ-TLC アナライザー本体とデータ処理用 PC が USB ケーブルで接続され、電源コードが 電源に接続されていることを確認する。
- (2) γ-TLC アナライザー本体前面の電源を入れる。電源を入れるとスイッチが点灯する。
 - 注) 電源を入れた状態でγ-TLC アナライザー本体のケーブルの抜き差しをすると、検出器 の故障の原因となるので絶対に行わないこと。ケーブルが外れている場合には、本体 の電源を切ってから接続し、再度電源を入れるようにする。
- (3) PC の電源を入れる。
- (4) "TLC Control"をダブルクリックし、装置制御ソフトを開く。



- 2. メソッド(測定条件)の作成(※作成済みのメソッドを使用する場合は不要)
 - (1) メニューの"File"を開き、"Method Editor"を選択すると、メソッド作成画面が開く。
 - (2) "New"をクリックし、作成するメソッドの名前を入力する。作成しようとするメソッド と近い条件のものがある場合は、"Create new method based on:"の▼をクリックし、 表示された既存のメソッドリストから選択する。
 - (3) "OK"をクリックすると、再度メソッド作成画面に戻る。このとき、Method の欄には新 しいメソッドの名称が表示される。





- (4) 測定条件を設定する。
 - 1) "Counting"
 - ① Counting time; 測定(積算)時間を入力する。単位は min1~999 分まで入力可能
 - ② max Counts;最大カウント数の設定。(通常の測定では不要)
 - ③ Scan range [mm]; プレートの長さに対する測定範囲。例えば、プレート端から 20mmの位置に試料溶液をスポットし、溶媒による展開をスポット位置から 150mm 行った場合にプレート端から10~180mmの範囲で測定したい場合、それぞれ"10" "180"と入力する。
 - ④ Energy range [keV];測定するエネルギー範囲の設定。0~1000keV。



2) "Solvent"

- Origin; クロマト展開の原点位置。例えばプレート端から 20mm の位置に試料溶液 をスポットした場合は 20 (mm) と入力する。値を入力しておくと、クロマトグラム 上に原点が表示される。
- ② Solvent Front; プレート端から展開先端までの距離(mm)。例えば、プレート端から 20mm の位置に試料溶液をスポットし、溶媒による展開をスポット位置から 150mm 行った場合は 170mm となる。値を入力しておくと、クロマトグラム上に展開先端位置が表示される。

Counting Solvent Comment Evaluation	
Origin: 20.0 mm	原点 ; プレート端から試料溶液をスポットした位置までの距離(mm)
Solvent Front: 70.0 mm	展開先端位置;プレート端から展開先端ま での距離(mm)

3) "Comment"

試料及び試験に関する情報等を入力することができる。

Counting Solvent Comment Evaluation	試料情報等、任意のコメントを入力する.

4) "Evaluation"

データ処理の方法を選択する。

- No evaluation; データ処理未設定
- ・Manual evaluation; 測定終了後、自動的にデータ処理ソフトが開く。ただし、データ 処理はマニュアルで実施する。
- ・Automatic evaluation; 測定終了後、得られたクロマトグラムに対して、予め設定した データ処理を自動で行う。工場等での品質管理で、常に同じデータ処理を行う場合に使 用。通常の測定では使用しない。

 No evaluation Manual evaluation Automatic Evaluation 	ng Solvent Comme	nt Evaluation	 st		
Manual evaluation Automatic Evaluation	evaluation		通常は	"Manual evaluation"	を選択
Automatic Evaluation	nual evaluation				
	omatic Evaluation				
Evaluation method:	aluation method:				

(5) 条件の設定が終了したら、"OK"をクリックする。メソッド保存の質問が表示されるので"はい"をクリックし、作成したメソッドを保存する。



- 3. 測定試料のセット
- (1) 溶媒による展開操作後、乾燥させた試料プレートを試料台の中央にセットする。このとき、
 本体前面側にプレートの原点側が来るようにし、プレート端を試料台縦スケールの"0"
 位置(段差あり)に合わせ、プレート縦方向の中心を試料台横方向の"0"に合わせる。
- (2) 検出器は試料プレート表面にできるだけ近づけるように高さを調節する。ただし、プレートに接触してはならない。



4. 測定操作

- 4.1. 作成済みの測定条件(メソッド)を使用する場合
- (1) PC 画面左上の をクリックする。または、"Measurement"メニューの"New Measurement"を選択すると、測定条件の画面が表示される。
- (2) "Name" に試料名を入力する。
- (3) "Method"の▼をクリックすると、作成済みのメソッドリストが表示されるので、使用 するメソッドを選択する。

(4) 測定条件を確認し、変更がなければ "OK"をクリックすると、自動的に測定を開始する。
 測定中は、クロマトグラムがリアルタイムで PC 画面に表示され、メソッドに設定した測定時間が経過すると、測定は自動的に終了する。
 注)測定中に試料プレートを動かさないこと。

	The second second second	Ma TLC Control - MiniGita	
TE TLC Control - Min	iGita	File Measurement View Holp	Ctr+N
File Measurement	View Help	Meas New Spectrum Scan	. Method
The measurement	view help	Restart	
	2 3 8	Edit	
Measurement File N	ame	Show Informations Remove From List	Del
K		Clear whole list	
		Instrument Test Change Detector Type	
		<i>"</i>	
28surement Parameters	- ①任意の試料名を入力 ②▼でリストを表示さ	The function of the set of the s	
Kaken-Test-3	せ、メソッドを選択	Pile Cidera TLC Data & Nethols/Cetal Nethole Adden-Text	www.TextC-Bitt.Ma Blactome 1500001610.0548 Count time: 0000-48
Counting Solvent Comment Evaluation	star	90- 10- 10- 10-	. Whithe .
Counting time: 10 min - max. Counts: 0	7	Man Managan Andream	eller filler an
Scan range [mm]: 0.0 200.0	③測定条件確認または変更		Destination of the second seco
Energy range [keV]: 600 750 Binning: 1 👻		測定中	回面面
OK Cancel Help			

- 4.2. 作成済みの測定条件(メソッド)を一部変更して測定する場合
 - (1) 4.1.(1)~(3)の操作を行い、メソッドの内容を表示させる。
 - (2) 変更したい項目に値を入力する。
 - (3) 4.1.(4)の操作を行い、測定を実行する。
 - 注)この操作によって項目の値を変更しても、メソッドは変更されない。変更したメソッド を保存する場合には、別にメソッドの名前を付して新たなメソッドとして保存する。な お、メソッドの一部を変更して測定した場合、例えば "Comment"の欄に情報を入力 しておくと、後の確認が容易となる。

4.3. 測定終了操作

メソッドに設定された設定時間が経過すると、測定は自動的に終了する。設定時間前に終 了(中止)したい場合は以下の手順による。

- ・メニューバーの (Stop) をクリックすると、以下のメッセージが表示されるので、次のいずれかを選択する。
 - "Stop and Save";測定を停止し、停止するまでに測定されたデータが保存される。
 - ② "Discard, don't save";測定を停止し、停止するまでに測定されたデータを破棄する(保存されない)。
 - ③ "Cancel";測定停止操作を取り消し、測定を継続する。

Stop Measur	ement			
FL You are go	ing to stop the current measu	irement. You ha	ve the following o	ptions:
->	Stop and Save	Disc	ard, don't save	-
	Cancel	Help		

"Stop"による測定停止時に表示されるメッセージ

5. データ処理

- 5.1. ソフト立ち上げ及びデータの取り込み
- (1) 測定終了時

測定メソッドの"Evaluation"において"Manual evaluation"を選択した場合は、自動 でデータ処理ソフトが開き、測定したクロマトグラムが表示される。なお、測定したデー タは自動的にデータ処理ソフトに送られ、保存される。



データ処理画面;測定終了後に自動で開き、クロマトグラムが表示される。

- (2) 測定終了時以外(以前のデータの確認または再処理等)
 - 1) PC 初期画面の "Gina Star TLC"をダブルクリックする。
 - 2) をクリックし、処理を行うデータを選択してダブルクリックすると、保存されているクロマトグラムが表示される。



5.2. クロマトグラムのデータ処理メニュー 通常の測定で使用する主なデータ処理は以下の通りである。各項目の操作法は次節以下に 示す。

データファイルを開く	スムージング	オートスケール	レポートの作成	エクスポー	⊦-Microsoft® Word®
🕞 GINA Star TLC Stati	on default station - [i	Integration C:¥Gina T	LC Data & Methods¥Data¥	fkaken-Test¥②-1回目	.rta]
4 🕂 File Edit Eva	luation Measureme	ent View Window	Help	V	
	auto auto	₩. 🗘 \$9.8 mm	And	ð de i t	
		🕅 🖢 вв 🖕 вр 🖕 і	DB 🖕 DD 🗌	Area:	
340 C/mm					
ピーク領域設定	[方法 2] BKG 領	領域設定	全ピーク領域設定取	消 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	- Microsoft [®] Excel [®]
上書き保存	ピーク領域設定[]	方法 1] ピーク領域	設定取消		Microsoft Exter

"Edit"の主な項目





- 5.3. データ処理操作
 - (1) 表示スケールの変更
 - 縦軸表示のスケールを変更するには、[y]または "Edit"→ "View"→ "y-axis [from-] to"を選択する。同様に、横軸表示のスケールを変更するには[x]または "Edit"→ "View"→ "x-axis [from-] to"を選択する。
 - 2) 画面左上に表示範囲を入力するバーが表示されるので、表示したい範囲を数字で入力する。[Enter] で変更された範囲のクロマトグラムが表示される。



 3) さらに変更する場合は、1)及び2)の操作を繰り返す。なお、変更前の表示スケールに 戻す場合はメニューバーの (Zoom all)をクリックする。

(2) ピーク領域の設定

[方法 1] ピーク領域を設定後、バックグラウンドを差し引く;ベースラインがほぼ均一な場合

- 1) メニューバーの (Drop(separate regions) をクリックする(背景がブルーになる)。
- (カーソル)を設定するピーク領域左端に合わせ、ピークの右端までドラッグする。
 マウスのボタンを離すと設定された領域が色で示される。
- 3) 設定したピーク領域の調整をする場合は、ピークの設定領域内にカーソルを持っていき、 クリックすると設定領域の両端に罫線が表示される。この罫線にカーソルを合わせ、罫 線を左右にずらすと、ずらしたところが新たな設定領域の端となる。この操作は繰り返 し行うことができる。
- ピークが複数ある場合は、順次2)~3)の操作を繰り返す。順次ピーク領域が異なる色で表示される。
- 5) メニューバーの¹¹ (Background regions)をクリックし、ピークがない任意の領域を カーソルをドラッグさせて設定する。設定された領域は斜線で表示され、同時に先に設 定したピークがバックグラウンド (BKG) で選択した分を差し引いて表示される。

[方法 2] ピーク部分のみを設定;接線による領域設定

- メニューバーの (Baseline region) をクリックし、カーソルを設定するピーク領域 左端に合わせ、ピークの右端までドラッグする。マウスのボタンを離すと設定された領 域が色で示される。
- 2) 設定したピーク領域の調整をする場合は、ピークの設定領域内にカーソルを持っていき、 クリックすると設定領域の両端に罫線が表示される。この罫線にカーソルを合わせ、罫 線を左右にずらすと、ずらしたところが新たな設定領域の端となる。この操作は繰り返 し行うことができる。
- 3) ピークが複数ある場合は、順次1)~2)の操作を繰り返す。順次ピーク領域が異なる色 で表示される。

[ピーク設定領域の削除]

- 削除したいピーク領域内にカーソルを移動し、クリックしてピークを選択する。続けて メニューバーの (Clear region)をクリックすると、設定したピークの領域のみが削 除される。
- ピークを設定せず、メニューバーのWM (Delete all regions)をクリックすると、設定 したすべてのピーク領域が削除される。
- (3) 平滑化(スムージング);ノイズが多い場合、ノイズを減じてクロマトグラムを見やすくする。
 - 1) メニューバーの (Display smoothing) をクリックすると、画面左上部に数値の入力 バーが表示される。
 - 2) 数値入力バーに任意の数字を入力し、"Enter"を押すと、スムージングが実行され る。



任意の数字を入力し、Enter key でスムージング実行 入力例; "5" (mm) など

スムージング処理;数値入力バー

(4) データの確認

- 1) メニューバーの((Report)をクリックすると、領域設定したピークの Rf 値、面積及 び面積比等の測定結果の表が画面上に表示されるので、データを確認する。
 - 注)(2)のピーク領域設定操作を行わないと、 をクリックしても測定結果は表示されない。

Table True		Print with g	prafic	Previe	w)
ample description A	udit trail of evaluation	Integrati	on		
ubstance	B/F	%Total	Type	Area	ZArea
		z		Counts	2
leg #1	0.008	20.06	BB(M)	3234.857	68.81
leg #2	1.006	9.09	BB(M)	1466.286	31.19
um in ROI				4701.143	100.00
otal area				16128.000	
rea (total) RF				10638.000	

画面に表示された測定結果の例

(5) レポート作成及びレポートの保存

[Word®形式];クロマトグラム、測定日時及び測定条件、測定結果のレポートを Word®形式で作成

- メニューバーの「Export to Word®」アイコンをクリックすると、自動でクロマトグラム、 測定日時及び測定条件、測定結果を反映したレポートを作成する。このとき、 "Please save the document"のメッセージが表示されるので、 "OK"をクリックする。
- 2) 通常の文書保存手順に従い、作成された Word®形式のレポートを保存することができる。
 - 注)(2)のピーク領域設定操作を行わないと、レポートを作成しても測定結果は表示さ



[Excel®形式]; 測定日時と測定結果の値のみの Excel®レポート作成

- 1) メニューバーの「Export to Excel[®]」アイコンをクリックすると、測定日時及び測定結果 を Excel[®]データとすることができる。
- 2) 通常の文書保存手順に従い、作成された Excel®形式のレポートを保存することができる。
 - 注)(2)のピーク検出操作を行わないと、レポートを作成しても測定結果は表示されない。





ピーク領域設定: [方法 2] による

- (6) データ処理の終了
 - 1) データ処理を行ったクロマトグラムを保存するには、以下のいずれかを行う。
 - ① "File"で別の名前を付けて保存する。
 - ② クロマトグラム右上の をクリックすると、 "save measurement '○○.rta'" (○
 ○は試料名)のメッセージが表示される。 "YES"をクリックすると、データ処理されたクロマトグラムが上書きされて保存される。ただし、この操作ではデータ処理前のオリジナルデータは削除される。
 - ③ メニューバーの (save) をクリックすると、データ処理後のクロマトグラムが上書き保存され、データ処理前のオリジナルデータは削除される。
 ※②及び③の操作によりデータ処理前のクロマトグラムが削除されても、PC本体には測定データとしてオリジナルデータが自動的に保存されているため、再度読み込みが可能である。

データ処理後のクロマトグラムを保存しない場合は、1) ②の操作を行い、 "save measurement '○○.rta'' (○○は試料名) "のメッセージで "No"を選択すると、 データ処理後のクロマトグラムを保存せずに終了する。この場合は、データ処理前のオ リジナルデータがそのまま保存されている。



6. 終了操作

- (1) データ処理ソフト及び装置制御ソフトの画面右上のをクリックし、ソフトを閉じる。
- (2) 通常の操作により PC をシャットダウンする。
- (3) アナライザー本体前面の電源スイッチを切る。
- (4) 試料プレートをアナライザー本体の試料台から降ろす。

以上

別紙

<u>ラジオγ-TLC アナライザークイックマニュアル(99Mo/99mTc 測定時)</u>

操作手順	操作方法	備考
・電源投入	・アナライザー本体及び PC の電源を入れる。	 ケーブル類の接続を 確認する。
・測定ソフト立上げ	 "TLC Control"をダブルクリックし、装置制御ソ フトを開く。 	注)制御ソフト立上げ前にアナライザ本体の電源が投入さ
・測定試料セット	 アナライザー本体の試料台中央に、手前が原点側となるように測定するプレートをセットする。 	れていることを確 認
• 測定開始	 ・PC 画面左上の をクリックする。試料名を入力し、 メソッド "JMTR-Tc"を選択し、必要に応じて Comment を入力する。"OK"をクリックすると 10 分間の測定を行う。 ・測定後、自動的にデータ処理ファイルが開く。 	 ・測定時間;10分間 放射能が高い場合は 測定時間を短くする か、 ・で測定を途 中停止する。 注)測定途中で検出器
・データ処理	 ・ピーク領域を設定する。 ・その他、必要に応じてスムージング及び軸の表示範囲変更を行う。 ・メニューバーのをクリックしてレポートを作成する。 	のケーブルの抜差しを行わない。
・レポート作成	 ・メニューバーの「Export to Word®」アイコンをクリ ックし、Word®形式でレポートを作成し、任意の名前 を付して保存する。 	
・データの取出し	 ・作成した Word®形式のレポートを印刷、またはメモリー媒体にレポートをコピーする。 	
・測定終了	 ・データ処理ソフト及び装置制御ソフトを閉じる。 ・PC及びアナライザー本体の電源を切る。 ・測定試料を試料台から降ろす。 	

付録2 HPLC 用放射線検出器操作マニュアル

- 1. フローセルの接続
 - HPLCのカラム出口、または検出器出口に、放射線検出器用フローセルの入り口側チュー ブを接続する。放射線検出器用フローセルの出口側チューブは、専用の廃液タンク等に接 続する。
 - フローセルのチューブを接続後、純水または溶媒等を通液し、液漏れがないことを確認する。
 - 3) フローセルを検出器下部に装着する。



- 2. 検出器の立ち上げ
 - (1) 検出器及び電源部、データ処理用 PC が専用ケーブルで接続され、電源コードが電源に接続されていることを確認する。
 - (2) 電源部前面の電源を入れる。電源を入れるとスイッチが点灯する。
 - 注) 電源を入れた状態で検出器のケーブルの抜き差しをすると、検出器の故障の原因とな るので絶対に行わないこと。ケーブルが外れている場合には、電源部の電源を切って から接続し、再度電源を入れるようにする。
 - (3) PC の電源を入れる。
 - (4) "Gina Star"をダブルクリックし、データ処理ソフトを開く。



3. メソッド(測定条件)の作成(省略)

※HPLCのメーカー及び機種によっては本ソフトで制御可能である。詳細はメーカー発行の 取扱説明書を参照のこと。

※放射線検出器のデータモニタリングの場合は作成済みのメソッド"JMTR-Tc"を使用する。 以下、メソッド"JMTR-Tc"を使用した場合の操作について記載した。

- 4. 測定操作
- 4.1. モニタリングの開始
- (1) 直接モニタリングを開始する
 - 画面左上のメニューバーの (Start single measurement) をクリックする。または、
 "Measurement "の "Start of single run"をクリックする。
 - 2) "Start"確認画面が表示されたら試料名を入力し、メソッド入力欄の▼をクリックして作成済みのメソッドのリストを表示させ、使用するメソッドを選択する。
 - 3) "Start"をクリックするとモニタリングを開始し、画面左下にモニタリング中のデー タが表示される。
 - 4) 再度 をクリックすると、モニタ画面が表示される。

		GINA Star Statio	on default Station
GINA Star Station default Station		👍 File Edit Ev	valuation Measurement View Window Help
	ホキル		Start of single run Ctrl+Alt+5
E File Edit Evaluation Measuremen	まだは		Method
			Grafic measurment Ctrl+G
			Control Measurement Ctrl+Alt+C
			Edit/sample table
			Continue sample list
Start single measurement			Edit stored energies ()
			cur stored sample table
をクリックする。		"Maggin	rement" O "Start of single run" to
_		measu	rement 00 Start of single run &
Д		選択する。	
\checkmark			
①試料名を入力する。 ②メソッドを消	麗択する。		
C cme			
Gistart			
Measurement Method			
23-3 Keken Test	Instrument	control (F1U)	
Comment MS Edit methode 'Kaken-Test'	Cancel	Start	
MSI		7	
4	/		inclusidement: cestudo 0.1 ChA=3.0 CPS 1
			1
			"Yes"をクリックするとモニタリングを開
			炉し、画面 <u> 在下に</u> モータリンクケータが衣
(3) "Start" \mathcal{F} \mathcal{O}	0		テキれる



⁽²⁾ サンプルテーブルから開始する。

- メニューバーの (Edit sample table) をクリックすると、Sample table 入力画面が 表示される。
- 2) 試料名及びメソッド名を入力し、"OK"をクリックすると、確認メッセージが表示されるので、"Yes"をクリックするとモニタリングが開始され、画面左下にモニタリングのデータが表示される。
- 3) 「Manual Show measurement in progress」をクリックすると、モニタ画面が表示される。



"Yes"をクリックするとモニタリング開始



(3) モニタリングの停止

メニューバーの ¹ (Stop) をクリックするとモニタリングを終了する。 ※モニタリングデータは保存されない。

- 4.2. 測定開始
 - (1) PC 画面がモニタリング状態であることを確認し、HPLC に通常の操作により試料を注入 後、直ちに PC キーボードの [Fn] + [F4] キーを押すと測定画面が表示され、同時にデー タの取り込み・保存が開始される。
 - (2) 測定中のデータはリアルタイムで PC 画面に表示される。このときの表示スケールは自動 であるが、測定中に [X] または [Y] キーにより、任意のスケールで表示させることがで きる。
 - 注)測定開始時点からデータが保存されるが、それ以前のモニタリングデータは保存され ない。



測定中画面及び表示

- 4.3. 測定終了操作
- (1) メソッドに設定した測定時間が経過すると、自動的に測定を終了する。
- (2) 測定を中断する場合は、メニューバーの (Stop) をクリックすると、確認メッセージ が表示されるので、 "Yes"をクリックして測定を終了する。なお、測定を中断した場合 でも、停止するまでのデータは自動で保存される。
 ※メソッド "JMTR-Tc"の測定時間は 30nin.で設定してある。
- 5. データ処理
- 5.1. 測定データの呼び出し
- (1) メニューバーの をクリックし、保存されているクロマトグラムデータのリストを表示 させる。
- (2) 処理を行うデータを選択してダブルクリックすると、クロマトグラムが全面表示される。



データリストの表示



選択したクロマトグラムの表示

5.2. クロマトグラムのデータ処理メニュー

通常の測定で使用する主なデータ処理は以下の通りである。各項目の操作法は次項以下に 示す。

			V	ポートのエクスオ	、ート・Microsoft® Word®
データファイルを開く	スムージング オ	ートスケール	レポートの作成	\backslash	
/			\mathbf{X}		
GINA Star Station d	default Station				
👍 File Edit Evalua	ation Measurement	View Windo	w Help	\.	
		ito	5.00 min		
		🕻 💓 🏷 вв 🖕	BD 🖕 DB 🖕 DD 🛛		Area:
■ ピーク領域設定	[方法 2] BKG 領地	或設定(全	ミピーク領域設定取	消 エクスズ	デート- Microsoft® Excel®
上書き保存ピピ	ーク領域設定[方法]	、 L] ピーク領	域設定取消		

5.3. データ処理操作

- (1) 表示スケールの変更
 - 縦軸表示のスケールを変更するには、[y]または"Edit"→"View"→"y-axis [from-] to"を選択する。同様に、横軸表示のスケールを変更するには[x]または "Edit"→"View"→"x-axis [from-] to"を選択する。
 - 2) 画面左上に表示範囲を入力するバーが表示されるので、表示したい範囲を数字で入力する。[Enter]で変更された範囲のクロマトグラムが表示される。



任意の数字を入力し、Enter keyでY軸表示を変更 入力例;"5-25"など

3) さらに変更する場合は、1)及び2)の操作を繰り返す。なお、変更前の表示スケールに

戻す場合はメニューバーの (Zoom all) をクリックする。

(2) ピーク領域の設定

[方法 1] ピーク領域を設定後、バックグラウンドを差し引く;ベースラインがほぼ均一な場合

- 1) メニューバーの (Drop(separate regions) をクリックする(背景がブルーになる)。
- (カーソル)を設定するピーク領域左端に合わせ、ピークの右端までドラッグする。
 マウスのボタンを離すと設定された領域が色で示される。
- 3) 設定したピーク領域の調整をする場合は、ピークの設定領域内にカーソルを移動し、ク リックすると設定領域の両端に罫線が表示される。この罫線にカーソルを合わせ、罫線 を左右にずらすと、ずらしたところが新たな設定領域の端となる。この操作は繰り返し 行うことができる。
- ピークが複数ある場合は、順次2)~3)の操作を繰り返す。順次ピーク領域が異なる色 で表示される。
- 5) メニューバーの¹ (Background regions)をクリックし、ピークがない任意の領域を カーソルをドラッグさせて設定する。設定された領域は斜線で表示され、同時に先に指 定したピークがバックグラウンド(BKG)で選択した分を差し引いて表示される。





WWW で BKG 領域を指定すると、 バックグラウンドが差し引かれる。

ピーク検出 [方法 1]

[方法 2] ピーク部分のみを設定;接線による領域設定

- メニューバーの (Baseline region) をクリックし、カーソルを設定するピーク領域 左端に合わせ、ピークの右端までドラッグする。マウスのボタンを離すと設定された領 域が色で示される。
- 2) 設定したピーク領域の調整をする場合は、ピークの設定領域内にカーソルを持っていき、 クリックすると設定領域の両端に罫線が表示される。この罫線にカーソルを合わせ、罫 線を左右にずらすと、ずらしたところが新たな設定領域の端となる。この操作は繰り返 し行うことができる。

3) ピークが複数ある場合は、順次1)~2)の操作を繰り返す。順次ピーク領域が異なる色 で表示される。



- [ピーク設定領域の削除]
 - 削除したいピーク領域内にカーソルを移動し、クリックしてピークを選択する。続けて メニューバーの (Clear region)をクリックすると、選択したピークの領域のみが削 除される。
 - ピークを選択せず、メニューバーのWM (Delete all regions)をクリックすると、選択したすべてのピーク領域が削除される。
- (3) 平滑化(スムージング);ノイズが多い場合、ノイズを減じてクロマトグラムを見やすくする。
 - 1) メニューバーの (Display smoothing) をクリックすると、画面左上部に数値の入力 バーが表示される。
 - 2) 数値入力バーに任意の数字を入力し、"Enter"を押すと、スムージングが実行される。



任意の数字を入力し、Enter key でスムージング実行 入力例; "5" など

- (4) データの確認
 - 1) メニューバーの (Report) をクリックすると、設定したピークの RT 値、面積及び 面積比等の測定結果の表が画面上に表示されるので、データを確認する。
 - 注)(2)のピーク領域設定操作を行わないと、 をクリックしてもピークデータは表示されない。

Sample description Audit trail manual control Audit trail of measurement Audit trail of evaluation Integration Substance R/I Type Area ZArea ZArea Integration Substance R/I Type Area ZArea ZArea Integration Substance R/I Type Area ZArea ZArea ZArea Reg #1 2.35 BB(M) 277.8514 50.89 Secondary Seco	Irace Lng		Print v	with grafic		Preview Print	Cancel
Substance R/T Type Area ŻArea min Counts Z Reg #1 2.35 BB(M) 277.8514 50.89 Reg #2 4.55 BB(M) 268.1058 49.11 Sum in ROI 545.9572 100.00 Area (total) 4778.1008 2.00 CPS	Sample description	Audit trail manual c	ontrol A	udit trail of measure	ement	Audit trail of evaluation	n Integration
min Counts 2 Reg #1 2.35 BB(M) 277.8514 50.89 Reg #2 4.55 BB(M) 268.1058 49.11 Sum in ROI 545.9572 100.00 Area (total) 4778.1008 545.9572 100.00 Ext. BKG. 0.00 CPS 545.9572 100.00	Substance	B/T	Туре	Area	%Are	ea	
Reg #1 2.35 BB(M) 277.9514 50.89 Reg #2 4.55 BB(M) 268.1058 49.11 Sum in R01 545.9572 100.00 Area (total) 4778.1008 Ext. BKG.	The second second	min		Counts	le fontes	%	
Reg #2 4.55 BB(M) 268.1058 49.11 Sum in RDI 545.3572 100.00 Area (total) 4778.1008 Ext. BKG. 0.00 CPS	Reg #1	2.35	BB(M)	277.8514	50.0	89	
Sum in ROI 545.9572 100.00 Area (total) 4778.1008 Ext. BKG. 0.00 CPS	Reg #2	4.55	BB(M)	268.1058	49.1	11	
Area (total) 4778.1008 Ext. BKG. 0.00 CPS	Sum in ROI			545.9572	100.0	00	
Ext. BKG. 0.00 CPS	Area (total)			4778.1008			
	Ext. BKG.			0.00 CPS			

画面に表示された測定結果(Report)の例

(5) レポート作成及びレポートの保存

[Word®形式];クロマトグラム、測定日時及び測定条件、測定結果のレポートを Word®形式で作成

- メニューバーの「Export to Word®」アイコンをクリックすると、自動でクロマトグラム、 測定日時及び測定条件、測定結果を反映したレポートを作成する。このとき、 "Please save the document"のメッセージが表示されるので、 "OK"をクリックする。
- 2) 通常の文書保存手順に従い、作成された Word®形式のレポートを保存することができる。
 - 注)(2)のピーク領域設定操作を行わないと、レポートを作成しても測定結果は表示さ れない。

[レポート作成例-1] (Word®形式)



[Excel®形式];測定日時と測定結果の値のみの Excel®レポート作成

- 1) メニューバーの「Eport to Excel®」アイコンをクリックすると、測定日時及び測定結果 を Excel®データとすることができる。
- 2) 通常の文書保存手順に従い、作成された Excel®形式のレポートを保存することができる。
 - 注)(2)のピーク領域設定操作を行わないと、レポートを作成しても測定結果は表示さ れない。

[レポート作成例-2] (Excel®形式)



【参考】データ処理例



- (6) データ処理の終了
 - 1) データ処理を行ったクロマトグラムを保存するには、以下のいずれかを行う。
 - ① "File"で別の名前を付けて保存する。
 - ② クロマトグラム右上の をクリックすると、 "save measurement '〇〇'" (〇〇は試料名)のメッセージが表示される。 "YES"をクリックすると、データ処理されたクロマトグラムが上書きされて保存される。ただし、この操作ではデータ処理前のオリジナルデータは削除される。
 - ③ メニューバーの **し** (save) をクリックすると、データ処理後のクロマトグラムが上書 き保存され、データ処理前のオリジナルデータは削除される。
 - データ処理後のクロマトグラムを保存しない場合は、1)②の操作を行い、 "save measurement '○○'" (○○は試料名)"のメッセージで "No"を選択すると、データ 処理後のクロマトグラムを保存せずに終了する。この場合は、データ処理前のオリジナ ルデータがそのまま保存されている。



データ処理終了時の保存確認メッセージ

6. 終了操作

- (1) フローセルに溶媒等を流し、十分に洗浄後、通液を止める。
- (2) データ処理ソフトの画面右上のをクリックし、ソフトを閉じる。
- (3) 通常の操作により PC をシャットダウンする。
- (4) 電源部本体前面の電源スイッチを切る。

以上



<u>HPLC 用放射線検出器クイックマニュアル(99Mo/99mTc 測定時)</u>

操作手順	操作方法	備考
・フローセル接続	・HPLCのカラム出口、または HPLC 付属の検出器の 出口にフローセルを接続し、通液を開始する。	 液漏れのないことを 確認する。
・電源投入	・検出器電源部及び PC の電源を入れる。	 ケーブル類の接続を 確認する。
 ・データ処理ソフト の立上げ 	・"Gina Star"をダブルクリックし、データ処理ソフ トを開く。	注)制御ソフト立上げ 前に検出器電源部の 電源が投入されてい ることを確認
・モニタリング開始	・ または で試料名入力及びメソッドを選択し、 モニタリングを開始する。変更がない場合は、メソ ッド名は"JMTR-Tc"を選択する。	
• 測定開始	・HPLC に通常の操作により試料を注入し、直ちに[Fn] + [F4] キーを押す。PC 画面が測定画面に変わり、 データの取り込みを開始する。	 ・測定時間;30分間 RT が短い場合は測 定時間の設定を短く するか、 ・ で測定 を途中で停止する。
 ・データ処理及び保 存、取出し 	 ・ ごを開き、処理を行うデータを選択し、ダブルクリックでクロマトグラムを表示する。 ・ ピーク領域を設定する。 ・ その他、必要に応じてスムージング及び軸の表示範囲変更を行う。 ・ メニューバーの をクリックしてレポートを作成する。 	注)側定途甲で傾口器 のケーブルの抜差し を行わない。
・測定終了	 ・メニューバーの「Export to Word®」アイコンをクリ ックし、Word®形式でレポートを作成し、任意の名前 を付して保存する。 ・作成した Word®形式のレポートを印刷、またはメモ リー媒体にレポートをコピーする。 ・フローセルを溶媒等で洗浄し、通液を止める。 ・データ処理ソフトを閉じる。 ・PC 及び検出器電源部の電源を切る。 	

表 1. SI 基本単位						
甘大昌	SI 基本単位					
盔半里	名称	記号				
長さ	メートル	m				
質 量	キログラム	kg				
時 間	秒	s				
電 流	アンペア	А				
熱力学温度	ケルビン	Κ				
物質量	モル	mol				
光度	カンデラ	cd				

表2. 基本単位を用いて表されるSI組立	単位の例
an de La SI 組立単位	<u>f</u>
名称	記号
面 積 平方メートル	m ²
体 積 立方メートル	m ³
速 さ , 速 度 メートル毎秒	m/s
加 速 度メートル毎秒毎秒	m/s^2
波 数 毎メートル	m ⁻¹
密度,質量密度キログラム毎立方メート/	
面積密度キログラム毎平方メート/	ν kg/m ²
比体積 立方メートル毎キログラ」	m ³ /kg
電 流 密 度 アンペア毎平方メート/	ν A/m ²
磁 界 の 強 さ アンペア毎メートル	A/m
量 濃 度 ^(a) , 濃 度 モル毎立方メートル	mol/m ³
質量濃度 キログラム毎立方メート/	
輝 度 カンデラ毎平方メート/	ν cd/m ²
屈 折 率 ^(b) (数字の) 1	1
比 透 磁 率 ^(b) (数字の) 1	1
(a) 量濃度 (amount concentration) は臨床化学の分野-	では物質濃度

(substance concentration)ともよばれる。
 (b) これらは無次元量あるいは次元1をもつ量であるが、そのことを表す単位記号である数字の1は通常は表記しない。

表3. 固有の名称と記号で表されるSI組立単位

SI 租业单位					
組立量	名称	記号	他のSI単位による 表し方	SI基本単位による 表し方	
平 面 隹	ラジアン ^(b)	rad	1 (в)	m/m	
立 体 催	ステラジアン ^(b)	sr ^(c)	1 (b)	m^2/m^2	
周 波 数	ヘルツ ^(d)	Hz	1	s ^{·1}	
力	ニュートン	Ν		m kg s ⁻²	
压力,応力	パスカル	Pa	N/m ²	m ⁻¹ kg s ⁻²	
エネルギー,仕事,熱量	ジュール	J	N m	$m^2 kg s^2$	
仕事率, 工率, 放射束	ワット	W	J/s	$m^2 kg s^{-3}$	
電荷,電気量	クーロン	С		s A	
電位差(電圧),起電力	ボルト	V	W/A	$m^2 kg s^{\cdot 3} A^{\cdot 1}$	
静電容量	ファラド	F	C/V	$m^{-2} kg^{-1} s^4 A^2$	
電気抵抗	オーム	Ω	V/A	$m^2 kg s^{-3} A^{-2}$	
コンダクタンス	ジーメンス	s	A/V	$m^{2} kg^{1} s^{3} A^{2}$	
磁東	ウエーバ	Wb	Vs	$m^2 kg s^2 A^{-1}$	
磁束密度	テスラ	Т	Wb/m ²	$\text{kg s}^{2} \text{A}^{1}$	
インダクタンス	ヘンリー	Н	Wb/A	$m^2 kg s^2 A^2$	
セルシウス温度	セルシウス度 ^(e)	°C		K	
光東	ルーメン	lm	cd sr ^(c)	cd	
照度	ルクス	lx	lm/m^2	m ⁻² cd	
放射性核種の放射能 ^(f)	ベクレル ^(d)	Bq		s ⁻¹	
吸収線量,比エネルギー分与, カーマ	グレイ	Gy	J/kg	$m^2 s^{-2}$	
線量当量,周辺線量当量, 方向性線量当量,個人線量当量	シーベルト ^(g)	Sv	J/kg	$m^2 s^{-2}$	
酸素活性	カタール	kat		s ⁻¹ mol	

酸素活性(カタール) kat [s¹ mol
 (a)SI接頭語は固有の名称と記号を持つ組立単位と組み合わせても使用できる。しかし接頭語を付した単位はもはや ュヒーレントではない。
 (b)ラジアンとステラジアンは数字の1に対する単位の特別な名称で、量についての情報をつたえるために使われる。 実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号である数字の1は明 示されない。
 (c)測光学ではステラジアンという名称と記号srを単位の表し方の中に、そのまま維持している。
 (d)へルツは周頻現象についてのみ、ペラレルは放射性核種の統計的過程についてのみ使用される。
 (e)センシウス度はケルビンの特別な名称で、セルシウス温度を表すために使用される。やレシウス度とケルビンの
 (d)ペルジは高頻現象についてのみ、ペラレルは放射性核種の統計的過程についてのみ使用される。
 (e)センジス度はケルビンの特別な名称で、1、通道を表すために使用される。それシウス度とケルビンの
 (f)放射性核種の放射能(activity referred to a radionuclide) は、しばしば誤った用語で"radioactivity"と記される。
 (g)単位シーベルト(PV,2002,70,205) についてはCIPM勧告2 (CI-2002) を参照。

表4.単位の中に固有の名称と記号を含むSI組立単位の例

	S	I 組立単位	
組立量	名称	記号	SI 基本単位による 表し方
粘度	パスカル秒	Pa s	m ⁻¹ kg s ⁻¹
カのモーメント	ニュートンメートル	N m	m ² kg s ⁻²
表 面 張 九	リニュートン毎メートル	N/m	kg s ⁻²
角 速 度	ラジアン毎秒	rad/s	m m ⁻¹ s ⁻¹ =s ⁻¹
角 加 速 度	ラジアン毎秒毎秒	rad/s^2	$m m^{-1} s^{-2} = s^{-2}$
熱流密度,放射照度	ワット毎平方メートル	W/m ²	kg s ⁻³
熱容量、エントロピー	ジュール毎ケルビン	J/K	$m^2 kg s^{-2} K^{-1}$
比熱容量, 比エントロピー	ジュール毎キログラム毎ケルビン	J/(kg K)	$m^{2} s^{2} K^{1}$
比エネルギー	ジュール毎キログラム	J/kg	$m^{2} s^{2}$
熱伝導率	ワット毎メートル毎ケルビン	W/(m K)	m kg s ⁻³ K ⁻¹
体積エネルギー	ジュール毎立方メートル	J/m ³	m ⁻¹ kg s ⁻²
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	m kg s ⁻³ A ⁻¹
電 荷 密 度	クーロン毎立方メートル	C/m ³	m ⁻³ s A
表 面 電 荷	「クーロン毎平方メートル	C/m ²	m ² s A
電 束 密 度 , 電 気 変 位	クーロン毎平方メートル	C/m ²	m ⁻² s A
誘 電 卒	コァラド毎メートル	F/m	$m^{-3} kg^{-1} s^4 A^2$
透磁 率	ペンリー毎メートル	H/m	m kg s ⁻² A ⁻²
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	$m^2 kg s^2 mol^1$
モルエントロピー,モル熱容量	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol K)	$m^2 kg s^{-2} K^{-1} mol^{-1}$
照射線量(X線及びγ線)	クーロン毎キログラム	C/kg	kg ⁻¹ s A
吸収線量率	ダレイ毎秒	Gy/s	$m^{2} s^{-3}$
放 射 強 度	ワット毎ステラジアン	W/sr	$m^4 m^{-2} kg s^{-3} = m^2 kg s^{-3}$
放 射 輝 度	ワット毎平方メートル毎ステラジアン	$W/(m^2 sr)$	m ² m ⁻² kg s ⁻³ =kg s ⁻³
酵素活性濃度	カタール毎立方メートル	kat/m ³	$m^{-3} s^{-1} mol$

表 5. SI 接頭語							
乗数	名称	記号	乗数	名称	記号		
10^{24}	э 9	Y	10 ⁻¹	デシ	d		
10^{21}	ゼタ	Z	10 ⁻²	センチ	с		
10^{18}	エクサ	Е	10^{-3}	ミリ	m		
10^{15}	ペタ	Р	10^{-6}	マイクロ	μ		
10^{12}	テラ	Т	10 ⁻⁹	ナノ	n		
10^{9}	ギガ	G	10^{-12}	ピコ	р		
10^{6}	メガ	М	10^{-15}	フェムト	f		
10^{3}	+ 1	k	10^{-18}	アト	а		
10^{2}	ヘクト	h	10^{-21}	ゼプト	z		
10^1	デ カ	da	10^{-24}	ヨクト	У		

表6.SIに属さないが、SIと併用される単位				
名称	記号	SI 単位による値		
分	min	1 min=60 s		
時	h	1 h =60 min=3600 s		
日	d	1 d=24 h=86 400 s		
度	٥	1°=(π/180) rad		
分	,	1'=(1/60)°=(π/10 800) rad		
秒	"	1"=(1/60)'=(π/648 000) rad		
ヘクタール	ha	1 ha=1 hm ² =10 ⁴ m ²		
リットル	L, 1	1 L=1 l=1 dm ³ =10 ³ cm ³ =10 ⁻³ m ³		
トン	t	$1 t = 10^3 kg$		

表7. SIに属さないが、SIと併用される単位で、SI単位で

表される数値が実験的に得られるもの						
名称 記				SI 単位で表される数値		
電子	ボル	ŀ	eV	1 eV=1.602 176 53(14)×10 ⁻¹⁹ J		
ダル	ŀ	\sim	Da	1 Da=1.660 538 86(28)×10 ⁻²⁷ kg		
統一原子	「質量単	单位	u	1 u=1 Da		
天 文	単	位	ua	1 ua=1.495 978 706 91(6)×10 ¹¹ m		

表8. SIに属さないが、SIと併用されるその他の単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
バール	bar	1 bar=0.1MPa=100 kPa=10 ⁵ Pa
水銀柱ミリメートル	mmHg	1 mmHg≈133.322Pa
オングストローム	Å	1 Å=0.1nm=100pm=10 ⁻¹⁰ m
海 里	М	1 M=1852m
バーン	b	$1 \text{ b}=100 \text{ fm}^2=(10^{\cdot 12} \text{ cm})^2=10^{\cdot 28} \text{m}^2$
ノット	kn	1 kn=(1852/3600)m/s
ネーパ	Np	の単位しの教徒的な問題は
ベル	В	31単位との数値的な関係は、 対数量の定義に依存。
デシベル	dB -	

表9. 固有の名称をもつCGS組立単位

名称	記号	SI 単位で表される数値		
エルグ	erg	1 erg=10 ⁻⁷ J		
ダイン	dyn	1 dyn=10 ⁻⁵ N		
ポアズ	Р	1 P=1 dyn s cm ⁻² =0.1Pa s		
ストークス	St	$1 \text{ St} = 1 \text{ cm}^2 \text{ s}^{\cdot 1} = 10^{\cdot 4} \text{ m}^2 \text{ s}^{\cdot 1}$		
スチルブ	sb	$1 \text{ sb} = 1 \text{ cd cm}^{-2} = 10^4 \text{ cd m}^{-2}$		
フォト	ph	1 ph=1cd sr cm ⁻² =10 ⁴ lx		
ガル	Gal	1 Gal =1cm s ⁻² =10 ⁻² ms ⁻²		
マクスウエル	Mx	$1 \text{ Mx} = 1 \text{ G cm}^2 = 10^{-8} \text{Wb}$		
ガウス	G	$1 \text{ G} = 1 \text{Mx cm}^{-2} = 10^{-4} \text{T}$		
エルステッド ^(a)	Oe	1 Oe ≙ (10 ³ /4 π)A m ⁻¹		
(a) 3元系のCGS単位系とSIでは直接比較できないため、等号「 ▲ 」				

は対応関係を示すものである。

表10. SIに属さないその他の単位の例						
名称 氰		記号	SI 単位で表される数値			
キ	ユ		IJ	-	Ci	1 Ci=3.7×10 ¹⁰ Bq
$\scriptstyle u$	\sim	ŀ	ゲ	\sim	R	$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{C/kg}$
ラ				ĸ	rad	1 rad=1cGy=10 ⁻² Gy
$\scriptstyle u$				ム	rem	1 rem=1 cSv=10 ⁻² Sv
ガ		$\boldsymbol{\mathcal{V}}$		7	γ	$1 \gamma = 1 \text{ nT} = 10^{-9} \text{T}$
フ	T.		N	Ξ		1フェルミ=1 fm=10 ⁻¹⁵ m
メー	ートル	/系	カラゞ	ット		1 メートル系カラット= 0.2 g = 2×10 ⁻⁴ kg
ŀ				N	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa
標	準	大	気	圧	atm	1 atm = 101 325 Pa
力			IJ	-	cal	1 cal=4.1858J(「15℃」カロリー), 4.1868J (「IT」カロリー), 4.184J(「熱化学」カロリー)
3	ク			~	ц	$1 \mu = 1 \mu m = 10^{-6} m$