

ANALYTICAL NEWS

JEOL

No. 055

日本電子株式会社



- トピックス
- 新製品紹介
走査電子顕微鏡 JSM-6060
- 製品紹介
微量検体生化学自動分析装置 JCA-BM2250
- 技術情報
熱分解GC/MS法 JMS-AM SUN
NMRデータ処理ソフトウェア ALICE2
PC-SEM画像データファイリング&
レポーティングツール
ESIとFABMSの簡易試料導入システム
- JEOL DATUM INFORMATION
- 講習会スケジュール

Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy



皆様、“ピッツコン”という展示会をご存知でしょうか？正式名称はPittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy。全米で毎年開催される最大規模の分析機器展示会です。2003年は3月9日から14日までフロリダ州オーランドで開催されました。

50年以上の歴史を持つこの展示会の発祥の地はその名の通りアメリカ北東部の都市ピッツバーグです。“世界中のEnergy・Environment・Foods・Health・Pharmaceuticalsの分野における科学者達に科学的問題解決の様々な情報を提供する”をコンセプトに約3,000の展示ブースと世界各国から約28,000人の来場者を迎え、毎年盛大に開催されています。読者の皆様に“ピッツコン”の規模をイメージして頂くために日本の分析展と比較してみますと

展示ブースの数	分析展	約700
	ピッツコン	約3,000
来場者	分析展	約18,000人
	ピッツコン	約28,000人

いかに“ピッツコン”の規模が大きいかわかり頂けたと思います。これだけ出展企業・団体が多いのには実は訳があるのです。この“ピッツコン”はお金を払えばどんな企業・団体でも出展できるのです。ですから、小さな規模の部品メーカーでも、産声をあげたばかりのアメリカンドリームを夢見るベンチャー企業でも、展示会のコンセプトに沿ってさえいれば自由に出展できるわけです。もちろん私共JEOL USAも毎年出展しています。今年のJEOL USAの展示は「Total Solution」を基

本テーマに汎用タイプのSEM(JSM-6360LV)と昨年のこの展示会で銅賞を受賞したTOF MS(T100LC)、そして、より充実度をましたNMR(デルタシステム)を展示致しました。ご存知のように今、USAは対テロ・対イラクといった問題に直面しているためお客様の出足が心配されていましたが、各装置とも連日大勢のお客様に見学して頂き、また具体的な商談も数多くあり大盛況の内に幕を下ろすことができました。

3,000もの展示ブースがありますので、多種多様な分析機器・部品などが出展されています。日本では見ることのできない興味深い装置や技術情報が入手でき、また世界の分析機器の趨勢を知るにはこの展示会は絶好の機会だと言えるでしょう。“ちょっと出掛けて来ます”と言うわけにはいきませんが是非皆様も一度“ピッツコン”参加を計画されてみてはいかがでしょうか。必ずや新しい発見があることでしょう。

<JEOL USA法人 武満泰雄>

JEOL

JMS-AM SUN

最近EU(欧州連合)では、廃電気電子リサイクル指令(WEEE: Waste Electrical and Electronic Equipment)や特定危険物質の使用禁止指定(RoHS: Restrictions on Hazardous Substances)といった環境汚染を未然に防ぎ、かつ資源の有効活用を目的とした画期的な法整備が進められています。その中でRoHS指令では、鉛、水銀、カドミウム、六価クロム、ポリ臭素化ビフェニル(PBBs)、そしてポリ臭素化ジフェニルエーテル(PBDEs)の6種類が使用規制物質となっています。特にPBBsとPBDEsは、廃棄処理における燃焼過程でポリ臭素化ジベンゾフラン(PBDFs)等のダイオキシン類化合物を生成する可能性があるために規制対象となっています。

そこで今回は、難燃剤としてPBDEsを用いた難燃加工プラスチック用原料であるポリマー試料を熱分解—GC/MS法によって測定を行い、加熱によるPBDEsの熱分解挙動を確認しました。

検出方法

熱脱着装置には、フロンティアラボ社製のダブルショットパイロライザーを用い、日本電子製の四重極質量分析計JMS-AM SUNを接続したシステムで熱脱着—GC/MS分析法を行いました。測定は、まずパイロライザー(Py)とMSを、内径0.25mm長さ5m程度の不活性化処理済みノンコーディングキャピラリーで接続することによる発生ガス分析を実施。炉の温度は50℃から650℃まで毎分20℃で昇温し、PyとGCとのインターフェース部およびGCオープン部の温度は350℃、またMSのイオン源およびインターフェース温度は300℃としました。そしてMSにおけるイオン化は、EI法を用い、イオン化電圧は70V、イオン化電流は400 μ Aとし、測定は、m/z100から1,000の質量範囲を1秒の掃引時間でスキャン測定しました。

次にGCカラムをUltraALLOY-1の内径0.25mm、長さ15m、膜厚0.25 μ mに交換し、さらに上記分離カラムの注入口から10cmのところをフロンティアラボ社製のマイクロジェット冷却装置を装着し、カラムの極一部分を冷却することを可能にしました。これによって熱分解装置において任意の温度で発生した複数の混合ガス成分を一旦、分離カラム先端にトラップすることができ、その後冷却を解除することによって通常分離分析を行うことが可能となります。本測定におけるGCオープン部の温度は、臭素系化合物が発生する温度領域を対象としたため、120℃で1分間保持した後、360℃までを毎分10℃で昇温し、最終温度で10分間保持する条件で行いました。その他のPyおよびMSの条件は、前述した発生ガス測定条件と同様です。実試料は、難燃加工プラスチック用原料の一種であるポリスチレン系ポリマーで、溶媒抽出—GC/MS法によって、高濃度の10臭素化ジフェニルエーテル(DeBDE)を含有していることが確認されているものです。本試料は、ペレット状で、一粒あたりの重量は、およそ0.015mg程度です。

結果と考察

発生ガス分析におけるトータルイオンクロマトグラム(TIC)を図1に示します。

図1より、試料温度が約150℃から300℃付近の領域が第1段階目の発生ガスの生成。次に約300℃付近で急激にTICが上昇し、約350℃をピークとした2段階目の発生ガスの生成。そして、約370℃付近

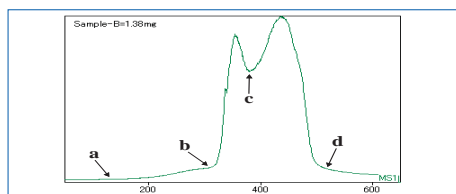


図1 発生ガス分析におけるTIC

で再度TICが立ち上がり、500℃程度で反応が終了するといった第3段階目の発生ガスの生成。以上大きく3段階の発生ガス生成挙動が確認されました。

さらに各発生ガス温度領域におけるマススペクトルを図2に示します。

図2より、第1段階目(a~b)の発生ガスは、鎖状炭化水素化合物の混合物であり、ポリマーに共存する添加剤等の化合物が熱脱着されたと思われる。また第3段階目(c~d)の発生ガスは、ポリスチレンモノマー、ダイマー、およびトライマーの混合スペクトルであり、ポリスチレンポリマー主鎖の熱分解反応による分解生成物と思われる。そして第2段階目(b~c)の発生ガスは、臭素原子を含む化合物に見られる特徴的な安定同位体パターンを示しており、さらにその安定同位体比率から、4もしくは5つの臭素原子を含む化合物であることが推測されます。よってこれらが臭素系難燃剤成分である可能性が非常に高いと考えられます。

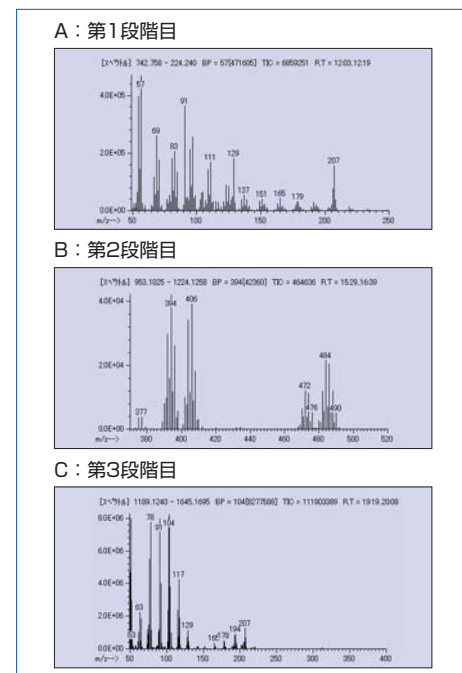


図2 各発生ガス温度領域におけるマススペクトル
さらに図3に、臭素系化合物の発生ガス成分のGC/MS分析によるTICとPBDEsの各臭素置換数ごとの分子イオン[M]⁺によるマスプロマトグラムを示します。

図3より、1~7臭素化体までのマスプロマトグラムにおいてピークが検出されました。各マスプロマトグラムピークは、比較的小さいピークが溶出した後、その数分後に大きなピークが溶出すると

いう規則的なパターンを示しており、臭素置換数の増加に伴って溶出時間が一定間隔で長くなっていると推定できます。これは同一構造を有する化合物の同族体溶出分布を示しているものと思われる。

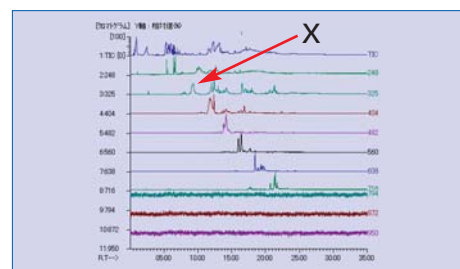


図3 第2段階目発生ガス成分におけるPBDEs
マスプロマトグラム

上からTIC, m/z248 (MoBDEs), m/z326 (DiBDEs), m/z404 (TrBDEs), m/z482 (TeBDEs), m/z560 (PeBDEs), m/z638 (HxBDEs), m/z716 (HpBDEs), m/z794 (OcBDEs), m/z872 (NoBDEs), m/z950 (DeBDEs)

図3におけるピークXのマススペクトルとそれらのライブラリー検索結果を図4に示します。

まず各マスプロマトグラムにおける比較的強度の小さいピークは、マスプロマトルよりPBDEsであることが確認されました。本試料中に添加されているPBDEsは、DeBDEであることから、低臭素化体PBDEsは、熱分解反応による脱臭素化物であると考えられます。これはPBDEsが、300℃程度の熱分解温度で容易に脱臭素化反応を起こすことを示唆しています。

一方図4より、各マスプロマトグラムで比較的強度の高いピークは、PBDEsより2水素原子少ないPBDFsであることが確認されました。やはりこれもDeBDEの熱分解反応によって生成された分解生成物であると考えられ、各PBDFs同族体の安定同位体による[M+2]⁺イオンがPBDEsの[M]⁺イオンと質量数が非常に近いことによって検出されたものと思われる。本データのみでは両者の正確な量関係は不明ですが、DeBDEの熱分解反応によって、多量のPBDFsが生成される可能性が示唆されました。従って、臭素系難燃剤として大量のPBDEsが添加された物質の焼却等による処理においては、熱分解生成物による環境汚染を十分注意する必要があります。

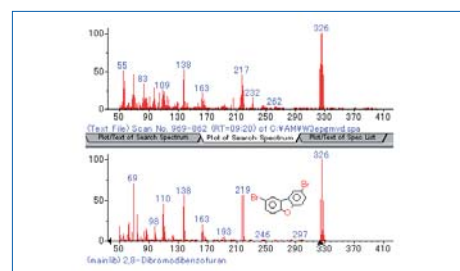


図4 ピークXのマススペクトルとライブラリー検索結果

参考文献

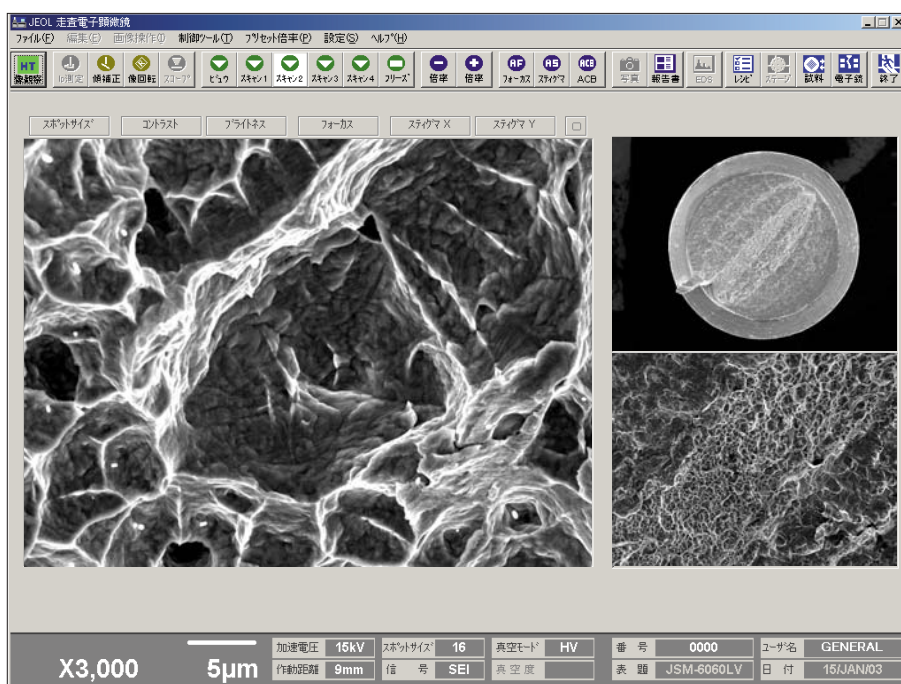
日本機械輸出組合: Environment Update.
海外環境関連情報誌 第20号, Vol. 4 No. 2 (2002)

- SEMを自由に使いこなす
- 最適な観察条件を自由に選ぶ
- 試料を自由に選ぶ
- 自由に設置室レイアウト



ひとめで分かる操作手順

操作画面は、『操作手順がひと目でわかる』をテーマに開発しました。操作用アイコンには、機能を示す文字を入れました。マウスで全ての機能の操作が快適にできるよう工夫してあります。



マルチユーザーシステム

多数のユーザーでSEMを使う場合、あるいは、複数の用途に使う場合など、各ユーザーがメニューなどで設定した内容が全て保存され、次回ログインから自分の設定で立ち上がります。さらに、試料ごとに異なる観察条件と操作手順を保存することができます。

最低倍率5倍の広視野観察



ユーロコイン ×5 (撮影倍率)

日本電子は、対物レンズと走査コイルの形状と配置を最適化することにより、倍率8倍を得ることができました。また、視野探し用として最低倍率5倍が使えるようになりました。約2cm角の試料の全面を一度に観察することができます。

シリーズの「FREEDOM」コンセプト

-6060シリーズ

画像調整用のオート機能が充実

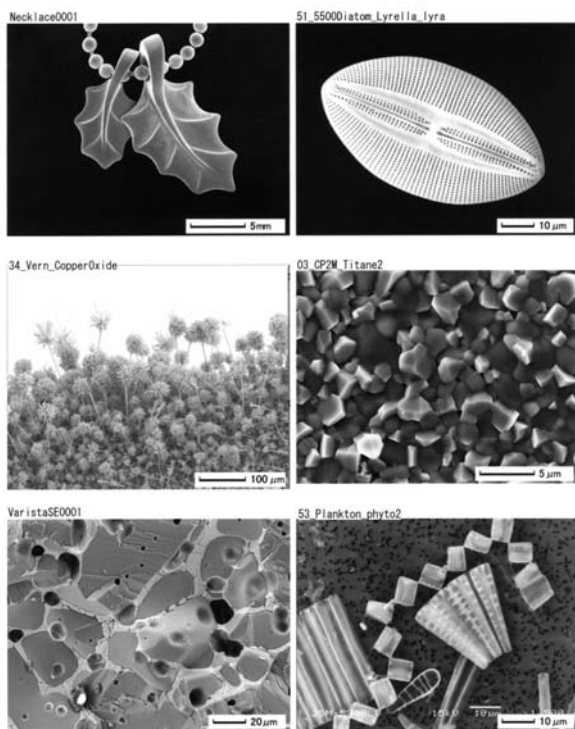
オートフォーカス (AFD)、オートスティグマ (ASD)、オートコントラストブライツネス (ACB) が操作の効率を高めます。



自由度の高いスマイルビューでフリースタイル報告書 (オプション)

SEM像、X線スペクトル、元素マップ像などのデータを効率良く報告書としてまとめることができます。このソフトは、SEM用パソコンだけでなく他のパソコン上でも使用することができます。

走査電子顕微鏡による観察



JEOL

低真空SEM JSM-6060LV

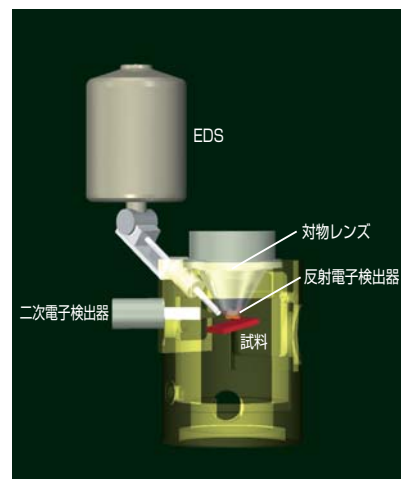
試料室の真空を数10Paにすることで、非伝導性の試料の観察と元素分析ができます。含水試料は、低真空SEMでの簡易凍結法 (日本電子特許) により、短時間に観察できます。高真空SEMモードと低真空SEMモードの切り替えは全自動で1分で完了します。



反射電子像 (低真空モード) 試料: IC ×25

高精度EDS分析 (オプション)

走査電子顕微鏡に特性X線分析装置を付加することで、試料の形状観察と微小領域の含有元素の分析までを行う問題解決ツールに拡張することができます。X線の取出し角は、作動距離 (WD)10mmで35°です。高分解能を維持しながらの元素分析が可能です。



JSM-6060LV/JSM-6060試料室

主な仕様

分解能	3.5 nm/4.0 nm (LVmode)
加速電圧	0.5 kV ~ 30 kV (53段切替)
倍率	×8 ~ ×300,000 (×5可能)
試料寸法	150mm径装着可能 (最大)
試料移動	X方向: 20 mm、Y方向10 mm Z方向: 5 mm ~ 48mm 傾斜: -10° ~ 90° 回転: 360°

ハイスピード、マイクロボリュウムテクノロジーが 臨床検査を変えます

JEOL

微量検体生化学自動分析装置 JCA-BM2250

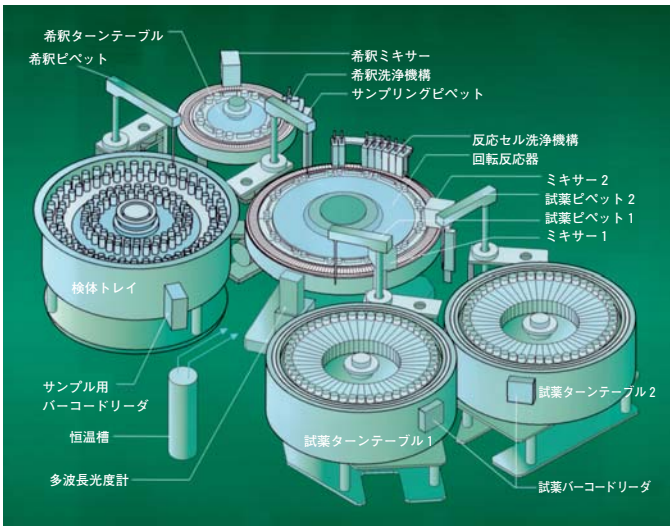


微量検体生化学自動分析装置BioMajesty JCA-BM2250は、生化学自動分析装置として、市場で初めて検体前希釈機構を採用し、検体量、試薬量を大幅に低減した装置です。市場最高処理速度のスーパーシングルマルチ装置として、1時間あたり2400テストの処理速度を誇ります。また、試薬の微量化を実現し、最終反応液量60 μ Lでの測定を可能としました。

市場では検体前希釈機能と低減した反応液量を中心に検討が行われ、良好な再現性と直線性が認められました。そして他機種との相関とも良好な結果が得られたことが認知され、小児・新生児の微量検体に充分対応できる装置である事が実証されました。しかも使用する試薬量も従来装置の1/4~1/5で測定が可能である事が大きな特長となりました。検体の超微量測定を可能にしたBioMajestyは、小児・新生児など著しく採血量に制限のある患者、創薬・ゲノムなどで利用される小動物の検体検査にも最適な血液検体分析装置として多くの活用が期待されます。

動作

採血した検体を採血管に入った状態で、遠心分離した後に、検体トレイにセットします。採血管の血清成分は希釈ピペットで吸引され、希釈反応ディスクのセルに標準希釈液(生理食塩水)とともに分注され攪拌され希釈検体となります。反応セルには、あらかじめ設定された分析項目に従って、試薬と希釈検体がそれぞれ分注され攪拌されます。37 $^{\circ}$ Cに制御された反応ディスクの設定反応時間が終了すると、測光ポイントに従って反応液の吸収スペクトルを測光し、A/D変換されデータが収集されます。サンプリング周期は、2秒の高速処理となっています。最終反応液量は60~180 μ Lのダイナミックレンジを持った超微量対応となっています。



特長

- 小動物実験検体検査に適合
検体前希釈による、微量検体で多項目測定が可能です。
- 測定誤差要因を小さく、信頼性の高いデータを提供
特殊ピペット洗浄、セル残水を極限まで下げた吸引機構を設けました。
- 希釈ターンテーブル機構による豊富なアプリケーションの提供
1~5,625倍の広い希釈レンジ。生理食塩水以外の項目毎に対応する特殊希釈溶液が使用可能です。
- セルのメンテナンスは万全
分析前に14波長すべての反応セルのセルブランクを測定し、不良セルは自動スキップします。
- ルーチン分析中の緊急検体の随時割込みが可能です。もちろん自動立上げ、自動立ち下げも可能です。
- 3種類の精度管理機構(リアルタイムQC、日内、日差精度管理)がルーチン検査のデータを効率よく監視します。
- 試薬ボトルと採血管のバーコード(オプション)読取り処理、さらにラック搬送(オプション)接続による大量検体一括処理が可能です。



希釈ディスク



反応ディスク検出器

主な仕様

測定方式：オープンディスクリット・シングルライン多項目同時測定

最大処理能力：1,800テスト/H

2,400テスト/H(電解質測定ユニット付)

同時分析項目：最大100項目(ISE分析103項目)

分析方法：比色法、反応速度法、CRA法、IMA法など多種類

検体：希釈ターンテーブルによる検体前希釈方式

◇元検体分注量：2~30 μ L(0.1 μ Lステップ)

◇希釈率：1~5,625倍

◇希釈後サンプル量：2~25 μ L/テスト(0.1 μ Lステップ)

◇希釈ターンテーブル：ターンテーブル方式

◇自動再検：希釈ターンテーブルからの再検

試薬：1~2試薬、各試薬10~100 μ Lテスト(0.1 μ Lステップ)

◇試薬ターンテーブル

ターンテーブル方式、7mL、20mL、70mL(100容器架設可)

全試薬保冷、試薬バーコード(オプション)

反応ディスク：ターンテーブル方式

◇反応セル：プラスチック・光路長6mm

◇反応液量：60~180 μ L

◇反応時間：3、4、5、10、15、21分(項目毎に設定可)

◇反応温度：37 $^{\circ}$ C \pm 0.1 $^{\circ}$ C

◇攪拌：SSR-Spin攪拌方式

測定：全波長反応過程測定

◇測定ポイント：40ポイント・全波長反応ポイント三次元モニタ表示

◇測定波長：340~884(14波長) 1波長または2波長演算

寸法

分析部：1,710(幅) \times 934(奥行) \times 1,157(高さ)mm

操作部：700(幅) \times 700(奥行) \times 1,480(高さ)mm

質量：700kg

JEOL DATUM

NMR データ処理ソフトウェア ALICE2 for Windows Ver.4

NMRから得られる情報を加工・整理し、解析するまでには膨大な労力が必要です。NMRチャートにスケールで線を引き、求めた値を電卓で計算しノートにまとめる。これら煩雑な業務を、もっと効率よく、もっと簡単にできないものか... ALICE2 Version4ではこの様な皆様のご要望に、新たな解

析モデルを提案します。データ処理から解析、レポートまで一貫したオペレーションで、最終結果までのスループットが飛躍的に向上します。また求められた解析結果は全てボタン一つでWord、Excel等のアプリケーションへ展開できます。

Data process

1D analysis

2D analysis

Report

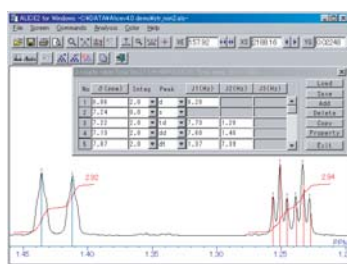
J couple

J coupleは任意に指定された信号のケミカルシフトとJ値を求めます。ピークピッキング情報から信号の中心を機械的にケミカルシフトとして算出し、分裂パターンを推測しJ値を求めます。合わせて積分情報からH数を求めます。手順として、自動解析機能でsinglet, doublet等の単純な分裂パターンを求めた後、重なり合った信号に関して、マニュアルでδ値、分裂パターン、J値等を補正します。

これらの結果をNMRチャート上に出力したり、予稿集や各種ジャーナルのフォーマットに合わせた形式での出力が可能です。反対に各種ジャーナルに掲載されているピーク分裂パターンをテキスト形式で読み込み、実スペクトルと重ねて表示することも可能です。

◆出力例

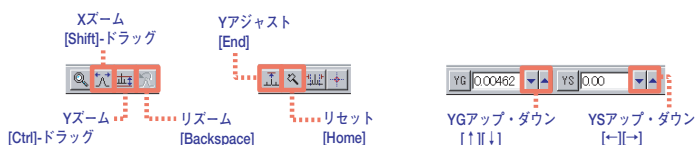
¹H-NMR (CDCl₃) : 8.06 (2H, d, J = 8.2 Hz), 7.24 (1H, s), 7.22 (2H, td, J = 7.7, 1.2 Hz), 7.13 (2H, dd, J = 7.6, 1.4 Hz), 7.07 (2H, dt, J = 1.3, 7.3 Hz), 5.87 (2H, t, J = 6.2 Hz), 4.25 (2H, dt, J = 8.2, 3.4 Hz), 3.17-3.14 (1H, m), 2.69 (1H, d, J = 15.1 Hz), 1.93 (1H, br s), 1.24 (1H, dt, J = 11.7, 3.2 Hz).



J couple操作画面

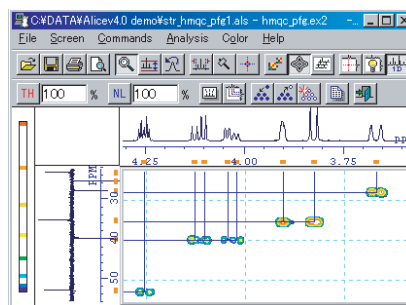
Shortcut

データ処理・解析の操作性を向上させるため、新たに”ショートカットキー”を用意しました。現在実行しているコマンドを終了することなく、スペクトルの拡大・縮小が自由に行えます。例えば積分範囲を設定中でも[Shift]キーを押しながら、ドラッグすればXズームになり、拡大終了後に自動的にもとの積分範囲の設定に戻ります。この便利な機能で、データ処理・解析が、格段とスムーズに快適に進みます。



Search correlation

1Dスペクトルの解析結果をもとに2Dスペクトルの相関を導き出します。Jcouple機能やピークピッキング機能にて求められたケミカルシフトが1Dスペクトルと共に表示され、マウスで指定するだけで相関ピークとして登録されます。従来チャート上で実施されていた方法を、PC上でそのまま実現可能にしました。



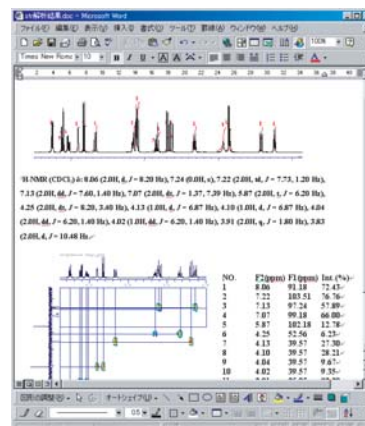
Search correlation操作画面 (HMQCスペクトル)

No.	F1(ppm)	F2(ppm)	Int.(%)
1	7.22	100.51	75.75
2	7.13	97.24	57.89
3	7.07	99.10	66.00
4	5.87	102.10	12.78
5	4.25	52.56	6.23
6	4.10	99.57	27.90
7	4.10	99.57	28.21
8	4.02	99.57	9.95
9	3.17	39.07	93.20
10	3.14	39.07	100.00
11	2.69	27.62	38.81
12	2.69	27.62	2.00
13	1.93	17.45	49.74
14	1.93	17.45	42.24
15	1.93	17.45	28.84
16	1.93	25.00	63.22
17	1.93	25.00	24.10
18	1.93	17.45	27.69
19	1.93	17.45	21.70
20	1.93	17.45	36.06
21	1.42	1.02	47.60
22	1.42	1.02	29.70
23	1.24	29.10	29.70

相関ピークリスト

Copy & paste

レポート作成段階での効率をあげるため、ALICEでは得られた主要な処理結果に対して[Copy]ボタンを用意しました。J coupleやSearch correlationで得られた解析結果は全てクリップボード経由でWordやExcel等のアプリケーションへ1クリックで簡単に貼り付けることが可能です。



Wordでのレポート作成例

JEOL DATUM

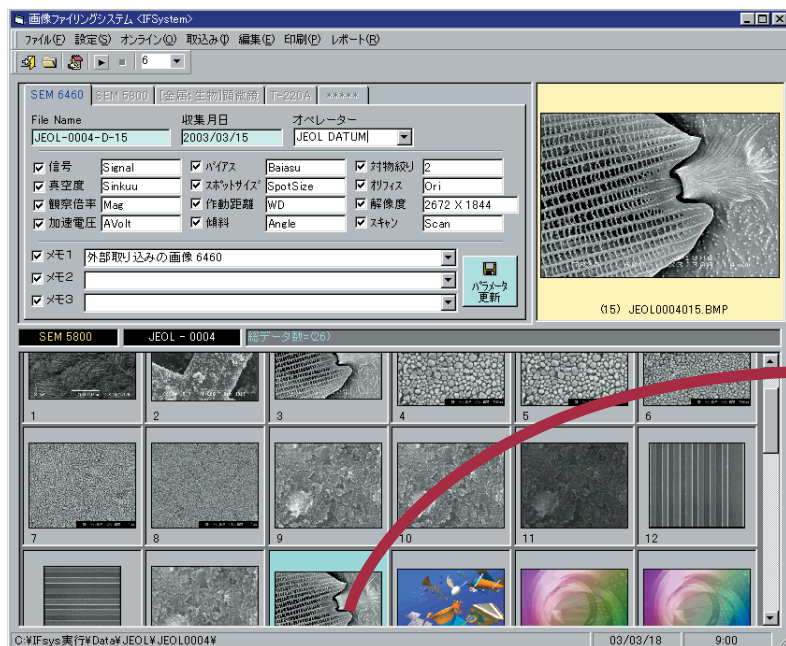
win SMart Windows

win SMartはPC-SEM画像データファイリング&レポートツールです。走査電子顕微鏡(SEM)とネットワークを介して接続されたパーソナルコンピュータ(PC)により必要な画像データを収集し、指定されたデータベースに保存・登録します。保存された画像データは必要な輝度変換処理、また報告書への添付シートとしてのフォーマット印刷機能(4種類)、またレポートシート枠の作成・利用により画像データを直接ワードレポート上にドラッグ可能で報告書の作成が容易にできます。作成された報告書に利用された画像データはデータベース上で管理されており、以前提出した報告書と同じ報告書、また再編集等が容易に必要な時に行えます。外部取込み機能は光学顕微鏡等の画像データ(TIFF、BMP)をデータベース内に付属情報を付加し保存・登録できます。PC-SEMの場合も同様に必要な付属情報も、付加情報を含め収集、登録されます。

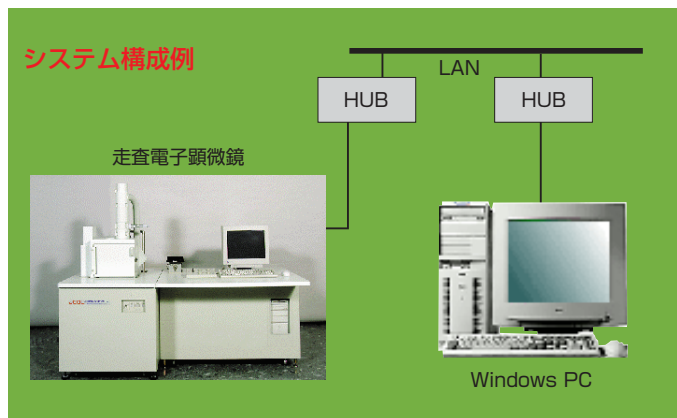
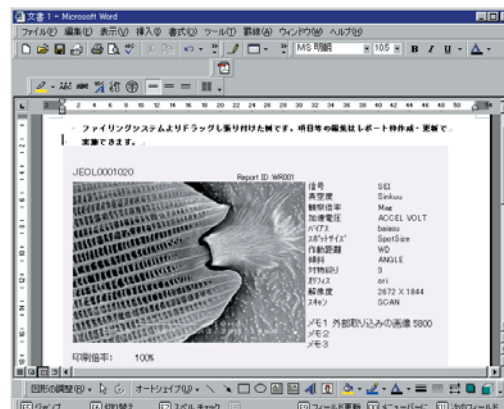
特長

- SEM画像データの簡易データベース化、報告書の作成、また添付画像データとしてのA4フォーマット印刷が容易にできます。
- 多くのWindows (95・98・Me・2000・XP・NT) 環境下で簡単に接続、利用ができます。
- 光学顕微鏡の画像データ(TIFF・BMP)が利用でき、データベース画面の切り替えで、SEM像に加え多彩なレポート作成ができます。

メイン画面 (JSM-6460/JSM-5800仕様)



WORD報告書画面



機能仕様

- ・データベースはファイルグループ毎に管理できます。
- ・外部取込み機能で用途に応じたデータベース構築が可能です。付属情報の設定・編集も合わせて可能です。
- ・輝度変換機能は新規登録・上書き保存ができます。
- ・4種類のA4印刷シートが準備されており、画像データがドラッグにより印刷が容易に可能です。
- ・レポート枠の作成・編集で画像データがWORDの報告書へドラッグでき利用できます。

ファイリング & レポートング ツール

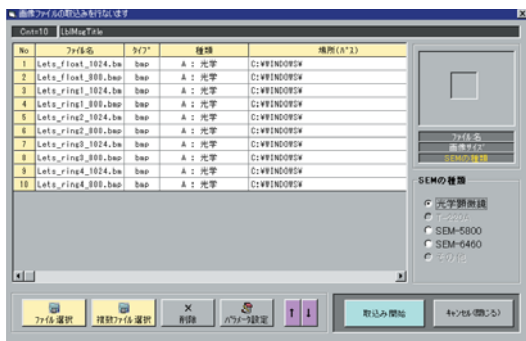
版 SEM Analytical Reporting Tool

機能の概要

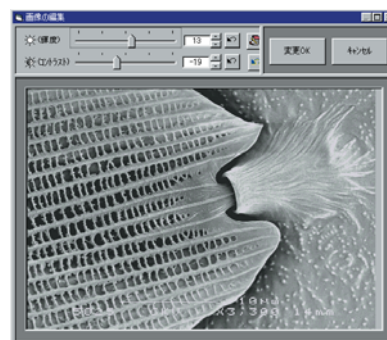
win SMarTのもつ各種機能(図示参照)はマウスを基本とした、クリック & ドラッグによる簡単操作で利用できます。報告書、印刷、輝度変換で利用された画像データは、ウインドウ表示に反映され目で見てわかるユニークなデータベース管理を備えています、あとでの参照・再発行・再編集が容易にできます。

表示画像(アイコン)の配列も5~10と用途に応じた表示が可能で利用しやすい機能の一つです。外部データを含め画像データの管理・報告に最適なツールです。

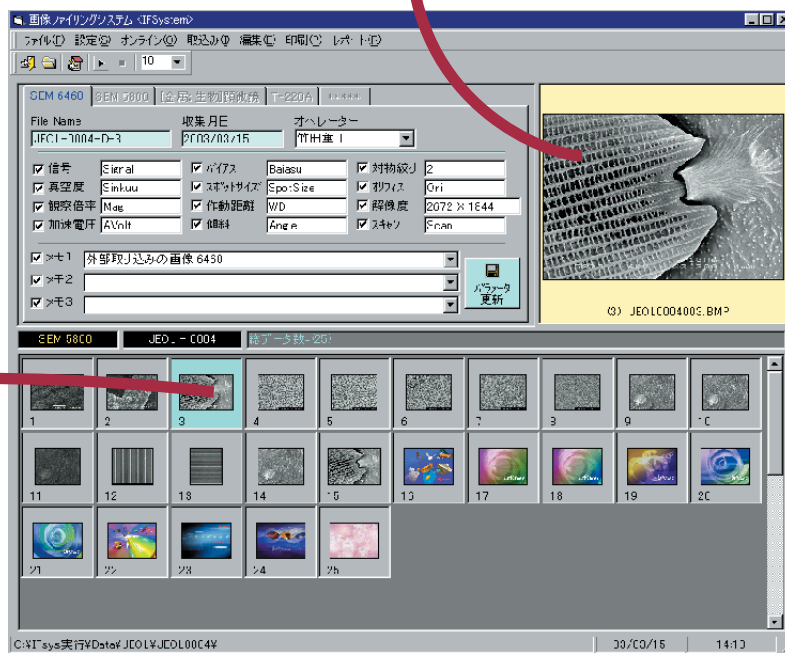
外部画像データの収集ができます



輝度変換を行います

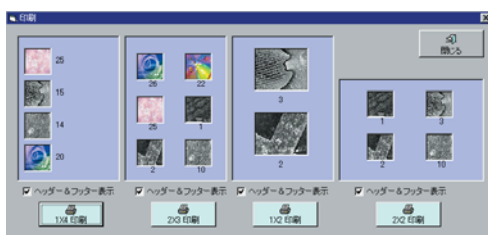


画像上をダブルクリックします

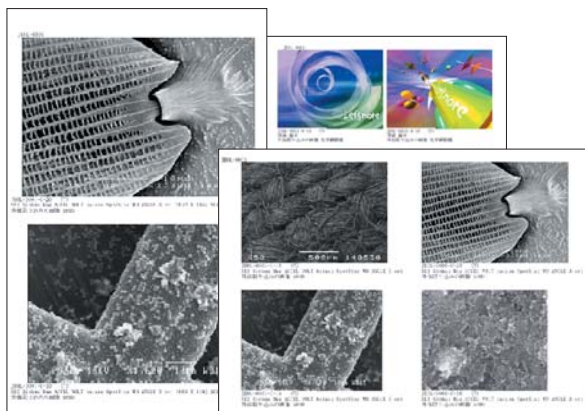


印刷シートヘドラッグし編集します

印刷シート



印刷シートでの印刷例



適用機種

JEOL製PC-SEM/JSM-5800 (ただし、外部接続キット付)
光学顕微鏡の画像データ: TIFF・BMPファイル

構成仕様

- ・ win SMarT CD-R 1式
- ・ 取扱説明書 1式

(注) PC-SEMとオンラインでのご利用は、TCP/IP制御が異なりますのでご指定下さい。カスタマイズも合わせて実施します。

価格 ¥1,000,000円~

お問い合わせは、
日本電子(株)担当営業員または最寄りの
日本電子データム(株)サービスセンターへ

JEOL DATUM

JMS-LCmate/JMS-700/JMS-T100LC

シリンジポンプはLC/MSインターフェースへの試料導入に活用されています。特にESI測定やその性能評価に使われています。ESIは試料溶液とともに窒素ガスで噴霧しイオン化する技術で導入する流量が少なれば少ないほど感度が向上します。1 μ L/minオーダーの流量で制御するシリンジポンプはESI測定に適しています。シリンジポンプの原理は歯車の回転速度により流量を制御します。その操作は試料溶液をマイクロシリンジに採り、シリンジのピストン先端を押すことにより、試料溶液は一定流量でシリンジの針先へ押し出されます。そのため1 μ L/min以下の精度で流量が制御できます。試料を例えば10 μ Lの少量の溶媒に溶かすことにより、試料濃度は高くなります。1 μ L/minの条件で設定すると10分間測定できます。この測定時間で獲得した全スペクトルを処理することにより、いっそうS/Nの良いスペクトルが得られます。ピコモル量しか得られない微量のタンパクなどのESI測定に多用され成果を挙げています。この導入法をインヒュージョン法と呼んでいます。このシリンジポンプにインジェクタを取り付けてみました。そのシステムを図-1に示します。一定流量条件下で試料導入が可能になりま



図-1 シリンジポンプを接続したLC/MSシステム

す。インジェクタから試料を導入し1分ほどの短時間でスペクトルが得られます。この手法をフロー注入と呼び、インヒュージョン法との違いはクロマトグラムを形成します。試料が出現したクロマトグラムのピークトップと基線のバックグラウンドを処理することにより、試料由来の明瞭なスペクトルを得ることができます。このシステムを利用しFRIT-FAB測定とESI測定を試みました。FRIT-FAB法はLC/MSインターフェースのひとつでFABイオン化を行う技術です。0.2%のグリセリンメタノール溶液1mLをマイクロシリンジに採り、5 μ L/minの流量条件に設定し試料を導入し測定しました。図-2(上段)は10ppmのコルチコステロン(MW:346)のメタノール溶液1 μ Lを導入したスペクトルです。MH347に明瞭なスペクトルを

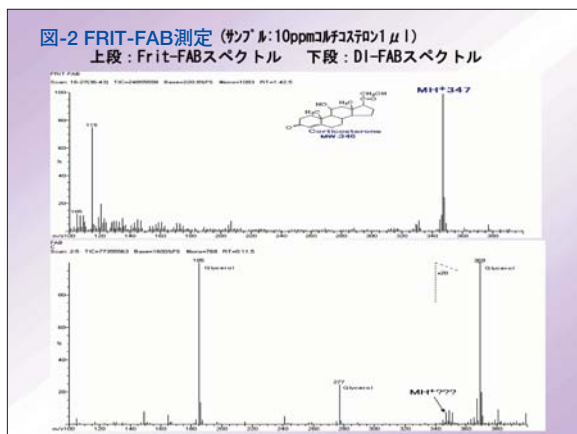


図-2 FRIT-FAB測定 (サンプル: 10ppmコルチコステロン1 μ l)
上段: Frit-FABスペクトル 下段: DI-FABスペクトル



図-3 ESIによる精密質量結果

標準品 (PEG600) と試料 (レセルピン) のTIC

～測定条件～
装置: 日本電子製MS700V
加速電圧: 5KV リング電圧: 50V
溶媒: MeOH 流量: 50 μ l/min
脱溶媒室温度: 200 $^{\circ}$ C

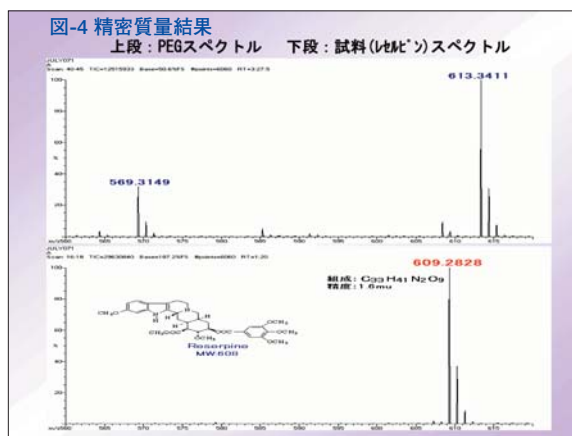


図-4 精密質量結果

上段: PEGスペクトル 下段: 試料 (レセルピン) スペクトル

与えています。マトリックス由来のグリセリンピークはバックグランド処理され、除去されています。比較のために直接試料導入を試み、その結果を図-2(下段)に示します。グリセリンのバックが強く出現し347のMHイオンを判定するには難しいスペクトルです。このようにこのシステムは微量成分のFAB測定に適しています。図-3、4にESIによる精密質量測定例を示します。試料としてレセルピン(MW:608)を選択し、精密質量測定を試みました。メタノール1mLをマイクロシリンジに採り50 μ L/minの流量条件で測定しました。レセルピンのESIスペクトルは609に強いMHイオンを与えます。精密質量測定のためにその分子量の大きさから内部標準物質としてポリエチレングリコール-600(PEG-600)を選択しました。測定は質量分解能3000に設定し、5ppmのレセルピンを導入しその流出を確認した後、10ppmのPEG-600のメタノール溶液をインジェクタに注入し、PEG600の569と613の既知質量からレセルピンのMH609を求めました。その結果、609.2828の質量が計算され、1.6mu (ミリマスユニット)の精度で目的組成と一致しました。ESIによる元素分析に期待できます。このシステムを用いるとFABやESI試料導入や精密質量測定に十分に使用でき便利です。またシステムの構築はタフコネクタ、ピーク管、ユニオンを用い手締めで接続しており非常に簡単です。さらに使用溶媒量は1mL以下と非常に少なく、移動相溶媒やマトリックスを選択する条件の最適化に利用できます。

■システムのお問い合わせ: 日本電子データム株式会社 販売本部
TEL:042-526-5119
日本電子ハイテック株式会社
TEL:042-542-5502

愛媛大学ダイオキシン分析技術者養成講座受付のご案内

愛媛大学では、ダイオキシン類の監視・分析・測定等の業務を担当する技術系人材の養成に必要な各種の分析機器を備えた実験室を設置し、分析化学に関する専門知識・技法の研修を行うことになりました。

ダイオキシン類の正確な分析は、環境研究の重要な基礎です。ダイオキシン類をはじめ微量でも環境汚染が懸念される化学物質は数多くあり、その分析には高度な技術が必要とされます。分析技術の向上、標準化に向けた当施設の国内外に向けての研修は、これに相当する役割を果たすものと考えています。研修では専門分析機器の導入を含め、分析者の多様な環境分析ニーズに応じた内容を取り上げていきます。多くの方に必要な専門知識と技術を習得していただき、環境問題に対する諸般の情勢の把握、関連行政との関係の理解を通じて視野の広い分析技術者を養成することを目的としています。



研修センター外観
(愛媛大学環境産業研究施設)



前処理室

コースのご案内

場所 愛媛大学 環境産業研究施設
年2回(5月・8月)

日程 第一回メ切 2003年4月11日(金) 必着
第二回メ切 2003年7月18日(金) 必着

①講義コース 定員30名/4日間

- ・ダイオキシン類基礎知識(概論)
- ・ダイオキシン類基礎知識(防止・処理技術)
- ・JIS測定マニュアルの解説
- ・ISO17025認定、特定計量証明事業所登録認定制度
- ・環境省ダイオキシン類請負調査受注資格

②実習コース 定員5名/16日間

- ・排ガスサンプリング実習
- ・ダイオキシン類分析(前処理、抽出、クリーンナップ)
- ・ダイオキシン類分析(GC/MS測定)
- ・ダイオキシン類分析(データ解析)
- ・現場見学、講義

詳細日程、受講料については下記にお問い合わせ下さい。

愛媛大学 環境産業研究施設 担当：松田由紀

E-mail: ymatsuda@agr.ehime-u.ac.jp

養成講座で使用される 質量分析計



納入装置

日本電子(株)製 JMS-700D

環境化学の研究で先駆的な立場にある愛媛大学に、当社のダイオキシン分析用高分解能GC/MS JMS-700D・小形GC/MS JMS-GCmateが納入されており、大いに活躍しています。

愛媛大学では、長年の経験と知識を分析に携わる方に知っていただくために、「ダイオキシン分析技術者養成講座」が上記のとおり開設されます。本講座では、GC/MS測定・解析の部分で弊社も協力させて頂くことになっています。

セミナー開催のご案内

①二次元NMRの使い方 <第7回>

構造解析に的を絞って、一日で二次元スペクトルの読み方を学びます。¹Hと¹³Cの基本的な二次元スペクトルから情報を整理し、実際の構造とどのように結びつくのか考えます。その上で基本情報を補足する応用測定など最新のNMRについて説明します。

とき 2003年7月11日(金)

ところ 日本薬学会館(渋谷) 1階会議室

講師 日本電子ハイテック(株) 技術員

定員 40名

参加費 30,000円(消費税別)

②第24回MSセミナー

とき 2003年8月28日(木)、29日(金)の2日間

ところ 日本薬学会館(渋谷) 1階会議室

講師 愛知教育大学名誉教授 中田尚男先生

定員 40名

参加費 47,000円(消費税別)

③よくわかるダイオキシン分析

とき 2003年9月25日(木)、26日(金)の2日間

ところ 日本薬学会館(渋谷) 1階会議室

講師 愛媛大学農学部 松田宗明先生

定員 40名

参加費 47,000円(消費税別)

●申込み・お問い合わせ

日本電子ハイテック(株) セミナー/講習受付 [担当] 山中
TEL 042-544-8565 FAX 042-544-8461

●内容お問い合わせ

日本電子ハイテック(株)
TEL 042-542-5502 FAX 042-541-9513
Eメール MS:kmatuura@jeol.co.jp NMR:jhcnm@jeol.co.jp

*お申し込み受付後、参加費お振り込みのご案内・会場案内図など、送らせていただきます。

*宿泊のご案内は、ご容赦下さい。

システム関連サポート終了案内

下記製品にて御使用頂いておりますDell社製パーソナルコンピュータOptiPlex GXMシリーズのメーカーサポートが終了いたしました。つきましては、下記に示します後継モデルへの機種更新をお勧めします。なお、機種更新では、別途アプリケーションソフトウェアのアップデート等が必要になります。

お問合せは最寄りのサービスセンターまでご連絡ください。

■該当PC機種

OptiPlex GXM590, GXM5100, GXM5133, GXM5150, GXM5200

■該当装置と後継PC

本体製品: JMS-GCmate, JMS-LCmate, JMS-600シリーズ

後継PC: OptiPlex GX240 (基本仕様)

本体製品: JNM-AL/EXcaliburシリーズ, JNM-MY60FTシリーズ

後継PC: OptiPlex GX260 (基本仕様)

受託分析のご案内

日本電子ハイテック(株)では有機構造解析から材料表面分析などの種々の受託分析を行っております。

お困りの分析があれば遠慮なくご相談ください。

高性能の装置と高い技術力で対応いたします。

測定装置:

質量分析計(MS)

核磁気共鳴装置(NMR)

走査電子顕微鏡(SEM)

透過電子顕微鏡(TEM)

電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)

TEL:042-544-1365 FAX:042-544-8461

日本電子データムのホームページでもご案内しております。
ご参照ください。http://www.datum.jeol.co.jp/hightech/

INFORMATION

講習会スケジュール

■場所：日本電子(株)本社・昭島製作所 日本電子データム(株)
■時間：9:30~17:00

●電子光学機器

装置	コース名	期間	主な内容	5月	6月	7月	8月	
TEM	基本コース	(1)TEM共通コース	TEMの基礎知識				26	
		(2)2010TEM標準コース	2010の基本操作					
		(3)1230TEM標準コース	1230の基本操作					
		(4)1010TEM標準コース	1010の基本操作				27~29	
		(5)走査顕微鏡装置標準コース	ASIDの基本操作					
		(6)電子回折標準コース	電子回折の基本操作					
	応用コース	(1)分析電子顕微鏡コース	2日	分析電子顕微鏡の測定法				
		(2)TEM一般試料作製コース	1日	各種支持膜・粉体試料の作製技法				
		(3)生物試料固定包埋コース	1日	生物試料の固定包埋法と実習	20			
		(4)ウルトラミクロトームコース	2日	ミクロトームの切削技法と実習	21~22			
		(5)クライオミクロトームコース	2日	クライオミクロトームの切削技法と実習				
		(6)急速凍結断面レプリカ作製コース	2日	各種試料の凍結断面レプリカ作製法				
		(7)イオンミリング試料作製コース	2日	イオンミリング法による超薄試料作製法				
		(8)生物試料撮影写真処理コース	2日	生物試料の写真撮影法と写真処理				
		(9)非生物試料撮影写真処理コース	2日	非生物試料の写真撮影法と写真処理				
	SEM	基本コース	(1)5000シリーズSEM標準コース	5000シリーズSEM基本操作	21~23	17~19	16~18	12~14
			(2)SEM標準コース	SEM基本操作				
			(3)FE-SEM標準コース	FE-SEM基本操作	14~16	11~13	9~11	6~8
(4)LV-SEM標準コース			LV-SEM基本操作		20		15	
(5)クライオ SEM標準コース			クライオ SEM基本操作					
(6)EDS分析標準コース			JED-2100EDS基本操作	29~30	23~24	24~25	21~22	
応用コース	(1)SEM一般試料作製コース	1日	SEM一般試料作製技法と実習					
	(2)SEM生物試料作製コース	2日	SEM生物試料作製技法と実習					
	(3)SEM-EPMAミクロトーム試料作製コース	2日	ミクロトーム切削技法と実習					
EPMA	基本コース	(1)定性分析標準コース	8000シリーズEPMA基本操作	27~30		1~4	26~29	
		(2)定量分析標準コース	8000シリーズ定量分析基本操作		2~3	7~8		
		(3)カラーマップ標準コース	8000シリーズ広域マップ基本操作		4~5	9~10		
		(1)EPMA試料作製コース	2日	EPMA試料作製技法と実習				

●分析機器

装置	コース名	期間	主な内容	5月	6月	7月	8月	
NMR	基本コース	(1)ALシリーズ(1)-共通コース	2日	NMR装置の基礎知識	20~21	17~18	15~16	19~20
		(2)ALシリーズ(2)	2日	1D/2Dの ¹ H、 ¹³ Cの基本操作	22~23	19~20	17~18	21~22
		(3)ECP/ECAシリーズ*	4日	1D/2Dの ¹ H、 ¹³ Cの基本操作	13~16	10~13	1~4	12~15
		(4)Delta短期コース*	2日	Deltaの基本操作(速習)				7-8
		(5)位相2D-NMR	1日	Phase Sensitive 2D測定操作		24		
		(6)差NOE & NOESY	1日	NOE測定 知識の整理と確認		25		
	応用コース	(7)HOHAHA測定	1日	HOHAHA測定 知識の整理と確認				26
		(8)ROESY測定	1日	ROESY測定 知識の整理と確認				27
		(9)HMBC/HMQC	1日	HMBC/HMQC測定 知識の整理と確認			22	
		(10)多核NMR測定	2日	測定とデータのまとめ	27~28			
		(11)緩和時間測定	1日	緩和時間測定と注意点	29			28
		(12)FG-NMR	1日	FG-NMRの解説と測定操作			23	
		(13)DPFGSEコース	1日	DPFGSE法の説明と差NOEへの応用			24	
		(14)拡散係数測定	1日	自己拡散係数測定法のまとめ				29
MS	基本コース	(1)ダイオキシン基本コース	3日	MSの基礎的な測定とSIM測定	21~23		23~25	
		(2)新DIOK処理	3日	新DIOKの使用法		18~20		20~22
		(3)MStation 基礎コース	3日	MSの基礎解説と低分解能測定		4~6		
		(4)GCmate コース	3日	MSの基礎解説とGC/MS測定				
		(5)精密質量測定コース	1日	EI/FABの精密質量測定				
		(6)Automassコース	2日	MSの基礎解説と定性・定量測定	15~16		17~18	
応用コース	(7)Automass CI/DIコース	1日	化学イオン化法と直接導入法					
	(8)Automass 水分分析(P&T)	2日	P&T法によるVOC分析					
	(9)Automass 水分分析(HS)	2日	H.S.法によるVOC分析					
FT-IR	JIR-WINSPECシリーズ	2日	FT-IRの基礎知識とWINSPECシリーズの基本操作(特殊アタッチメント講習は除く)					
	50/60/70シリーズ	2日	FT-IRの基礎知識と50/60/70シリーズの基本操作(特殊アタッチメント講習は除く)					
ESR	JES-FAシリーズ	2日	基本操作と応用測定					

*ECP/ECA共通のDelta操作講習です。

「ALシリーズ(1)-共通コース」は、ALシリーズとECAシリーズNMR装置を中心にした共通コースです。

●お問い合わせ・お申し込みは日本電子ハイテック(株) 講習受付 山中まで。
TEL 042-544-8565 FAX 042-544-8461

2002年12月 ISO14001を取得
日本電子は高い技術で品質と環境に
取り組んでいます。

日本電子は持続的発展の可能な循環形社会の実現に向け、お客様、地域住民の皆様、株主や行政の皆様などと共に共生する「地球企業市民」としての意識を持ち経営しております。日本電子と子会社11社がISO14001を取得し、既に取得しているISO9001と統合させたISOマネジメントシステムとして、JEOLグループ12社で運用いたします。



ご意見・ご質問・お問い合わせ

日本電子(株) 営業統括本部 営業企画室 SPMグループ

e-mail: jmmc@jeol.co.jp FAX. 042-528-3385



このパンフレットは、古紙100%再生紙(白化度70%)を使用しています。



このパンフレットは、大豆油インキを使用しています。

JEOL ANALYTICAL NEWS

2003年4月発行 No.055

編集発行/日本電子データム(株)

ホームページアドレス

日本電子データム(株) <http://www.datum.jeol.co.jp>

日本電子(株) <http://www.jeol.co.jp>

日本電子株式会社

本社・昭島製作所 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2

営業統括本部：〒190-0012 東京都立川市曙町2-8-3・新鈴春ビル3F ☎(042)528-3353 FAX(042)528-3385

支店：東京(042)528-3261・札幌(011)726-9680・仙台(022)222-3324・筑波(0298)56-3220・横浜(045)474-2181
名古屋(052)581-1406・大阪(06)6304-3941・関西応用研究センター(06)6305-0121・広島(082)221-2500
高松(087)821-8487・福岡(092)411-2381

日本電子データム株式会社

本社 〒196-0022 東京都昭島市中神町1156

☎(042)542-1111 FAX(042)546-3352

センター：東京(042)526-5020・札幌(011)736-0604・仙台(022)265-5071・筑波(0298)56-2000・横浜(045)474-2191
名古屋(052)586-0591・大阪(06)6304-3951・広島(082)221-2510・高松(087)821-0053・福岡(092)441-5829