

ANALYTICAL NEWS

JEOL

No. 080

日本電子株式会社



- トピックス
- JEOL DATUM INFORMATION
- 新製品紹介
JSPM-5410
- アプリケーションノート
FGMAS probe
固定サンプリングツール
- 技術情報
ヒンダードアミン系光安定剤 (HALS) の
質量分析—その2
SEMを使うための基礎知識……その1
- 講習会スケジュール

日本顕微鏡学会創立60周年・第65回学術講演会 併設機器展示 出展のご報告



日本顕微鏡学会創立60周年・第65回学術講演会が5月26日(火)～29日(金)の4日間、仙台国際センターにて開催されました。学術講演では「顕微鏡新世紀」をテーマに約830名の参加者が集い、各セッションでは立ち見が出るなど多くの参加者が熱心に耳を傾けていました。

また期間中の5月27日(水)には財団法人 風戸研究奨励会〈風戸賞〉受賞講演会が開催され、川端 和明様(文部科学省 科学技術・学術政策局 基盤政策課 課長)、高柳邦夫様(日本顕微鏡学会会長、東京工業大学大学院 教授)のご講演に引き続き、風戸賞受賞者である吉川 雅英様(京都大学 理学研究科 特任教授)、寺田健太郎様(広島大学大学院 理学研究科 准教授)、富岡 尚敬様(岡山大学 地球物質科学研究センター 准教授)の熱気溢れる受賞講演がありました。

併設の機器展示で弊社は、最新の原子分解能分析電子顕微鏡JEM-ARM200Fが設置された昭島製作所デモ場と展示会場をインターネット回線をつなぎリモートコントロールによるデモンストレーションを行い本装置のパフォーマンスを紹介することができました。

また、学会同様60周年を迎える弊社の歴史を紹介するコーナー(60周年記念コーナー)を設置し、60年の年表で代表的な装置の歴史をパネル紹介しました。

併せて汎用SEM最新機のJSM-6510LAと懐かしのベストセラー機T20を稼働させて並列展示し話題

となりました。

その他、TEMトモグラフィシステム、JFD-II凍結切断試料作製装置、薄膜試料作製装置イオンスライサに冷却機能を搭載した実機展示、開発中の大気圧走査電子顕微鏡のパネル展示なども参加者の注目を集めることができました。

27日には弊社主催のランチョンセミナーを行い「原子分解能分析電子顕微鏡JEM-ARM200F」「大気圧走査電子顕微鏡の開発と応用」の2テーマを弊社研究員が講演し200名を超える参加をいただき活気のあるセミナーとなりました。今回の学会のテーマである“顕微鏡新世紀”にふさわしい新技術をご紹介することができたものと思います。

最後に、期間中の5月28日(水)には日本顕微鏡学会創立60周年記念講演会・式典が開催され、学会への協力企業・団体への表彰が行われました。特別功績賞として弊社日本電子が表彰されたことをご報告申し上げます。

なお、来年の日本顕微鏡学会は名古屋(愛知県)での開催が予定されております。

DATUM INFORMATION

特別価格キャンペーンのお知らせ

①「すべらない」

ラボ用パウダフリーラテックス手袋

特別価格：定価より **15%OFF**

キャンペーン期間：2009年6月1日(月)～9月30日(水)

②NMR試料管

特別価格：● Wilmad製 NMR試料管 **20%OFF**

● シゲミ社製/和光純薬製/Norell製

NMR試料管 **15%OFF**

キャンペーン期間：2009年7月6日(月)～9月30日(水)

③NMR測定用溶媒

特別価格：ISOTEC製NMR測定用溶媒 **全品25%OFF**

キャンペーン期間：2009年7月6日(月)～9月30日(水)

④キャピラリーカラム Zebronシリーズ

特別価格：Zebronキャピラリーカラム **全品15%OFF**

キャンペーン期間：2009年7月6日(月)～9月30日(水)

⑤ナノワールド社製および

マイクロマッシュ社製シリコンカンチレバー

特別価格：シリコンカンチレバー **全品15%OFF**

キャンペーン期間：2009年7月6日(月)～9月30日(水)

* ホームページ (<http://www.datum.jeol.co.jp>) にて
ご覧いただけます。

お問い合わせ先は
日本電子株式会社 データムソリューション事業部
ソリューションセールス本部 部品販売グループ
TEL.042-526-5098 FAX.042-526-5099

セミナー開催のご案内

①クロスセクションポリリッシャ(CP)技術懇談会<東京会場>

とき 2009年9月8日(火)

ところ 総評会館 会議室(東京・御茶の水)

講師 日本電子(株) データムソリューション事業部

定員 50名
参加費 10,500円(消費税込み)

②クロスセクションポリリッシャ(CP)技術懇談会<大阪会場>

とき 2009年9月18日(金)

ところ 大阪ガーデンパレス(新大阪)

講師 日本電子(株) データムソリューション事業部

定員 50名
参加費 10,500円(消費税込み)

●お問い合わせは

日本電子株式会社 データムソリューション事業部
ソリューションセールス本部 企画管理グループ
TEL.042-526-5098 FAX.042-526-5099

ホームページ(<http://www.datum.jeol.co.jp>)にて、
セミナー日程を掲載いたします。

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

*宿泊のご案内は、ご容赦ください。

2009 JEOL ユーザーズミーティング開催のお知らせ

例年開催し、多くのユーザーよりご好評をいただいております「2009 JEOL ユーザーズミーティング」を下記の通り開催予定しております。詳しくは弊社よりのダイレクトメールにて、ご案内いたします。

2009 JEOL ユーザーズミーティング開催予定

※同じプログラムを2日間行います。

2009 EPMA・表面分析 ユーザーズミーティング(大阪)	10月9日(金)	千里ライフサイエンスセンター ライフホール
2009 EPMA・表面分析 ユーザーズミーティング(東京)	10月15日(木)～16(金)	東京大学武田先端知ビル 武田ホール
2009 TEM(透過電子顕微鏡) ユーザーズミーティング(東京)	10月23日(金)	東京大学武田先端知ビル 武田ホール
2009 分析機器・NMR ユーザーズミーティング(東京)	11月5日(木)・6日(金)*	東京大学武田先端知ビル 武田ホール
2009 高機能膜 ユーザーズミーティング(東京)	11月12日(木)	東京大学武田先端知ビル 武田ホール
2009 分析機器・MS ユーザーズミーティング(東京)	11月19日(木)・20日(金)*	東京大学武田先端知ビル 武田ホール
2009 分析機器・MS ユーザーズミーティング(大阪)	11月26日(木)	メルパルク大阪 ポヌール
2009 分析機器・NMR ユーザーズミーティング(大阪)	11月27日(金)	メルパルク大阪 ポヌール

走査形プローブ顕微鏡シリーズ最新機種



・スナップサーチ機能を搭載

従来の走査速度の最大20倍まで走査速度が向上

・コントローラ・ソフトウェアを刷新

自社開発高圧アンプの採用によりS/Nの良い画像の取得が可能
新アイコンの採用により、ソフトウェアの操作性が向上

・環境制御対応SPM

大気中から液中、真空排気、ガス導入、試料加熱・冷却までオプションで対応
オプション付加時にも大気中での操作性が良く、初心者から上級者まで対応

・ノンコンタクトモードを標準で搭載

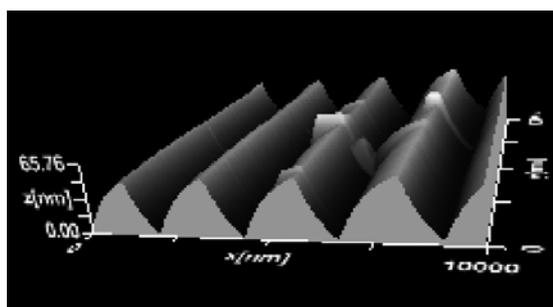
第4世代目となる独自回路により、オートチューニングで簡単に操作可能

スナップサーチ機能

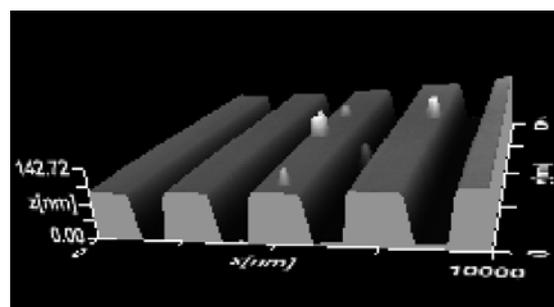
従来使用されているPID制御方法から、現代制御理論に基づいたSTO*(Surface Topographic Observer)法を用い高速に走査を行うことが出来ます。

・専用のカンチレバを必要とせず、市販のカンチレバが使用できます

グレーティング 観察例



従来PID制御方法による走査
表面形状像 50Hz走査
正確な形状が得られていない



STO制御方法による走査
表面形状像 50Hz走査

* STOは、横浜国立大学で開発された技術です

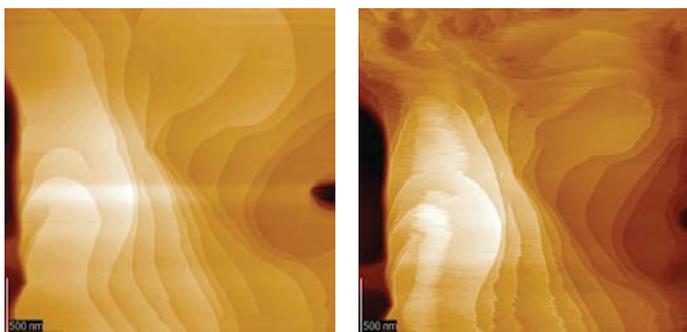
能で観察スピードを大幅に向上

顕微鏡 JSPM-5410

ノンコンタクトモード

試料に接触しないノンコンタクトモードで、試料にダメージを与えることなくさらに高分解能で観察が行えます。

ダメージレス



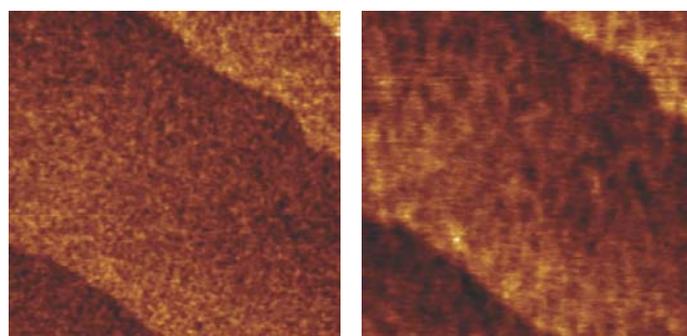
ノンコンタクトモード

ACモード

ポリイミド上のn-アルカン膜の観察例

ノンコンタクトモードでは、試料表面にダメージを与えることなく観察されています。

高分解能



ノンコンタクトモード

ACモード

Siステップの観察例

ノンコンタクトモードでは、ACモードに比べて高分解能で観察されています。

主な仕様

標準装備	コンタクトモード、ACモード、 ノンコンタクトモード、STM
オプション	粘弾性、KFM、LM-FFM、SCFM、SSRM、 EFM、MFM
走査範囲	20 μ m × 20 μ m × 3 μ m (オプション有り)
試料サイズ	50mm × 50mm × 5mm 最大
ステージ移動	± 3mm

寸法・重量

本体	680mm × 710mm × 1,020mm	270kg
コントローラ	327mm × 540mm × 615mm	42kg

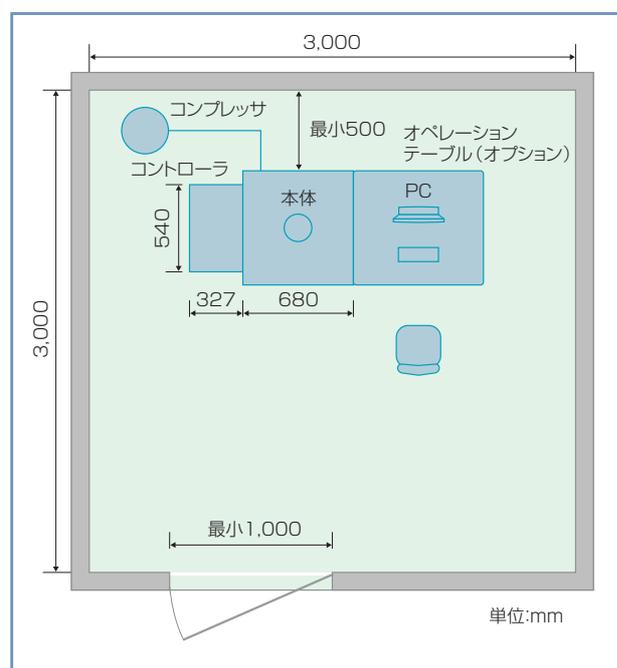
電源

単相 AC100V 50/60Hz 1.5kVA

設置室

室温	20℃ ± 5℃
湿度	60%以下
音響振動レベル	50dB以下 (Aモード)
床振動	5 μ m (5Hz) 以下

設置室例



高速MASにより半固体試料の高分解能測定を実現 更には磁場勾配機能によりインバース測定も容易に可能

JEOL

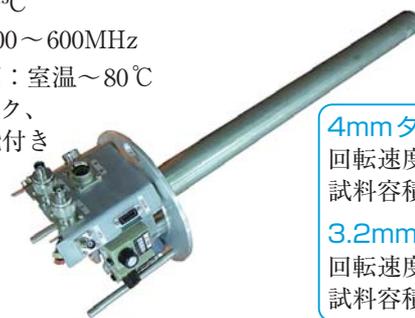
FGMAS probe

特徴

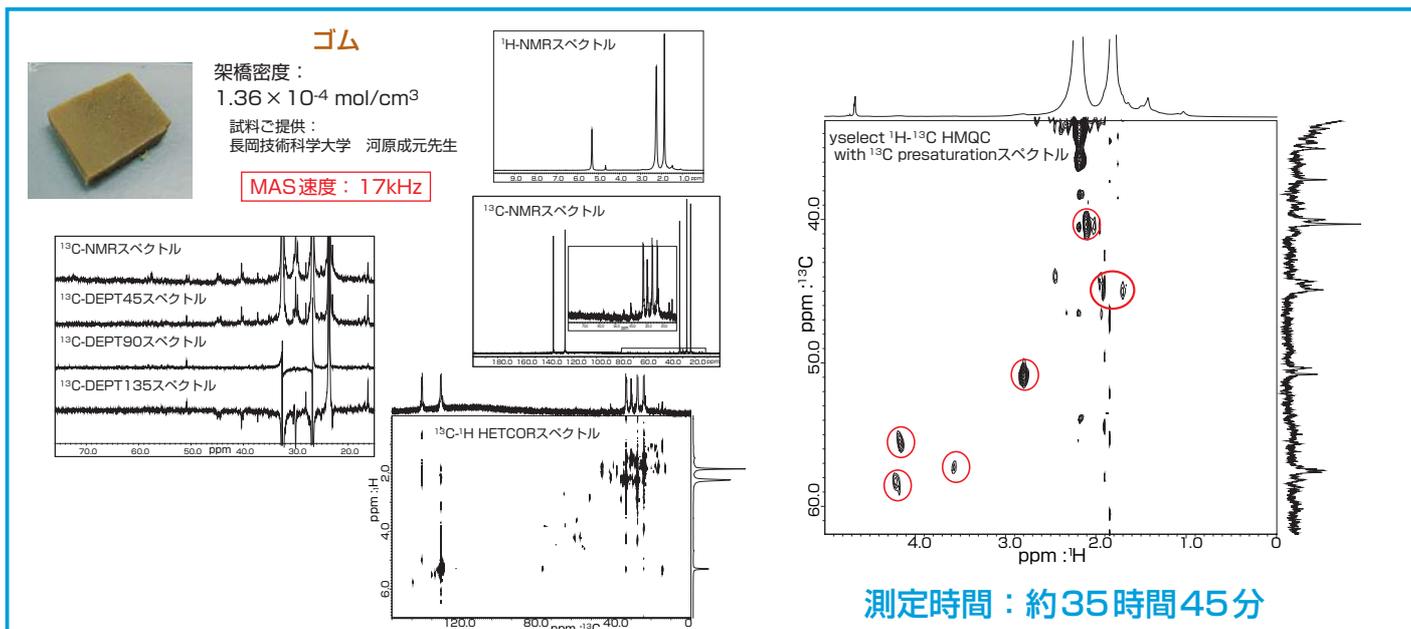
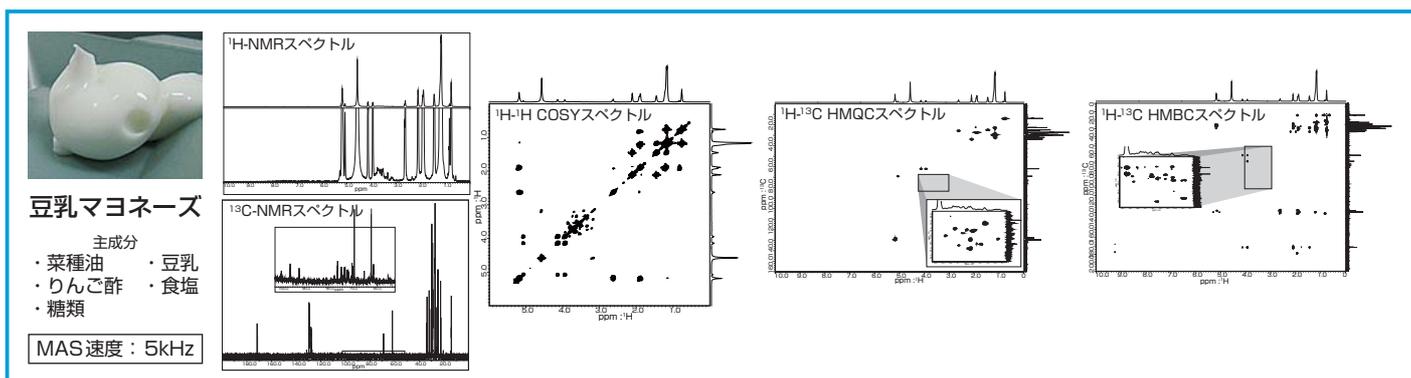
“FG (Field Gradient) MAS (Magic Angle Spinning) プローブ”は、高速MASが可能な磁場勾配付きプローブです。対象となる試料は、半固体試料と呼ばれるクリーム状やゲル状、ペースト状の試料、またはイオン液体のように非常に粘性の高い試料の他、生体組織試料や固相合成用レジンに結合した試料などになります。更には、従来は溶液（ラテックス状態）NMRや固体NMRで解析が行われてきたゴム試料も、高速MAS下ではこの手法を用いることにより高分解能測定を行うことができます。

仕様

観測核： ^1H , ^{13}C
 対応磁場：400～600MHz
 温度可変範囲：室温～80℃
 ^2H NMRロック、
 磁場勾配機能付き



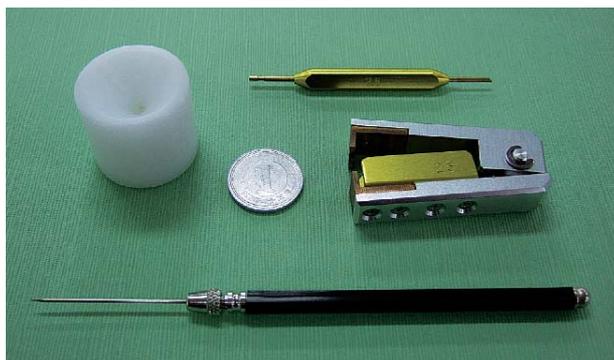
4mmタイプ
 回転速度 17 kHz
 試料容積 37 μL
3.2mmタイプ
 回転速度 22 kHz
 試料容積 27 μL



ゴム試料のほとんどの場合は主鎖の構造は既知であり、架橋構造を含めた側鎖の解析が主となります。しかしながら、側鎖由来の信号は非常に小さく、安定した測定が重要となります。

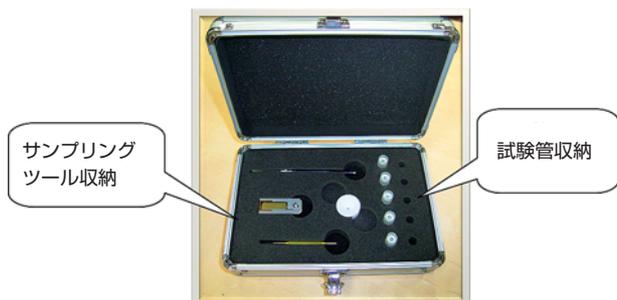
また ^1H 観測のインバース二次元測定では、主鎖由来の相関ピークに側鎖由来の相関ピークが埋もれてしまうため、主鎖由来の信号をセレクトアウトしたり、消去したりするといった工夫が必要になります。

固体サンプリングツールを使用することで、固体NMR測定の作業効率を大幅に向上させることが可能です！



固体サンプリングツールの利点 その1

～整理整頓が簡単に！～



固体サンプリングツールは付属のケースに収納できます。試料管も同じケースに収納できるので、整理整頓が簡単になり、作業効率が向上します。

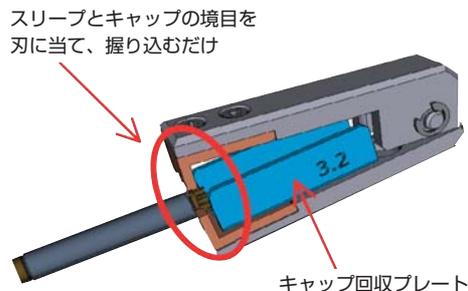
(※試料管は別売です)

固体サンプリングツールの利点 その2

～スピニングキャップ、タービンキャップの取り外しが容易に！～

固体サンプリングツールは、液体窒素を使用することなく簡単にキャップを取り外すことができます。

また、取り外したキャップは、回収プレート内に回収されるので、どこかに飛んでいって無くなることはありません。



スリーブとキャップの境目を刃に当て、握り込むだけ

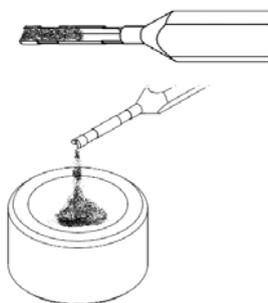
キャップ回収プレート

固体サンプリングツールの利点 その3

～サンプルの回収が簡単、効率良く行えます！～

サンプリングスティックを使用すると、試料管内部を傷つけることなく、硬い試料も簡単に取り出すことが可能です。

また、サンプル回収も効率良く行えます



固体サンプリングツールは、皆様の固体NMR測定を応援します

※2009年4月現在、4mm、3.2mm、2.5mm試料管に対応しています。

1. はじめに

樹脂の耐候性や耐熱性を増すために光安定剤として各種ヒンダードアミン系添加剤 (HALS) が使用されている。その定性分析法として高周波加熱装置を用いたKOH/メタノール添加抽出法が有効であることを前報¹⁾で示した。しかしながら、この方法は加熱時に分解ガスが多量に発生する樹脂 (例えば、塩化ビニル樹脂の分解による塩素素ガスの発生、炭酸カルシウムを含む樹脂の炭酸ガスの発生) では、加熱時に発生する多量の分解ガスにより、密封したガラス管内の内圧が上昇し、密封に用いたゴム栓が外れる不都合があり、分解抽出物を容易に得ることはできなかった。今回、HALSがエステル系化合物の場合、溶媒抽出と高温エステル分解を組み合わせた簡便な方法を用いることで、分析が可能であることを見出した。この方法では、柔軟性を付与するために添加されている多量の可塑剤 (フタル酸ジオクチル/DOP) の影響も少なく、定性のみならず定量分析への可能性も期待された。本稿ではGC/MS分析を用いて評価した事例を紹介する。

2. 実験

2-1 検討に用いたHALSの標準品

検討に用いたHALS (アデカスタブ LA-63) の構造式を図1に示す。

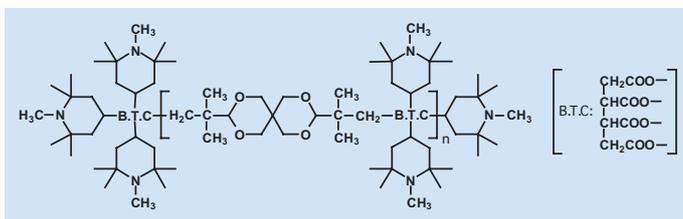


図1 アデカスタブ LA-63の構造式

2-2 試料の調製と前処理

2-2-1 塩化ビニルシートのモデル作製

塩化ビニル粉末に各種添加剤 (HALS、DOP、脂肪酸金属塩、その他) を所定量添加し、加熱ロールを用いて混練し、厚さ0.3~0.4mmのシートを作製した。この時のHALS添加量は500、1000、1500ppmとし、DOP30%、脂肪酸金属塩0.5%、その他1.4%であった。

2-2-2 HALSのメタノール密封分解

ガラス試料管 (φ4×50mm) にHALS標準品を0.2mg採取後、メタノールを40μL添加してガラス管を密封した。これに333℃または358℃のホイルを装着して1時間、メタノール密封分解²⁾を行った。

2-2-3 塩化ビニルシートの溶媒抽出

ガラス試料管 (φ6×100mm) にシート試料を採取し、メタノールを200μL添加してガラス管を密封した。これに170℃のホイルを装着して1時間、加熱抽出を行った。

2-3 装置及びGC/MS条件

GC/MSは日本電子製JMS-K9、GCカラムはDB-5MS (長さ30m、内径0.25mm、膜厚0.25μm) を用い、GC温度条件は50℃ (2min) - 15℃/min - 300℃とした。GC注入温度は300℃とし、キャリアガスにはヘリウムを用い、スプリット比は30:1、カラム流量は1.0mL/min、MSのイオン源温度を250℃、インターフェース温度を280℃とした。高周波加熱装置はDIC製「QUICKER1010」を用いた。

3. 結果

3-1 アデカスタブLA-63のメタノール密封分解

市販標準品をメタノール密封分解し、その1μLをGC/MS測定したところ、アデカスタブLA-63の基本骨格を示す特徴的な分解物が生成する事が分かった。得られたトータルイオンクロマトグラム (TIC) を図2に示す。なお、333℃と358℃での分解状態を比較したが、温度による差は認められなかったことから、以後の分解は333℃で行った。

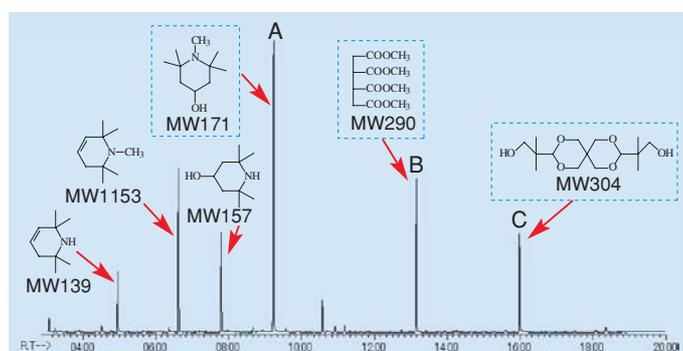


図2 アデカスタブLA-63のメタノール密封分解による分解生成物のTICクロマトグラム

分解物の主成分A、Cは前報¹⁾と同様であるが、新たに成分Bが明確に出現した。この成分は図1に示す構造式のB.T.C.のメチルエステル化物と推定され、この成分は高温によるメタノールとのエステル交換反応により生成したと思われる。なお、成分Bのマススペクトルは試薬の1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸とメチルエステル化剤を高周波加熱法³⁾により反応させて得られたテトラメチル化体と完全に一致した。テトラメチルアンモニウム (TMAH) 添加熱分解では容易に確認できない成分Bが確認されたことから基本骨格が明確となり、定性分析の信頼性はより向上すると思われる。主な成分 (A~C) のマススペクトルを図3に示す。

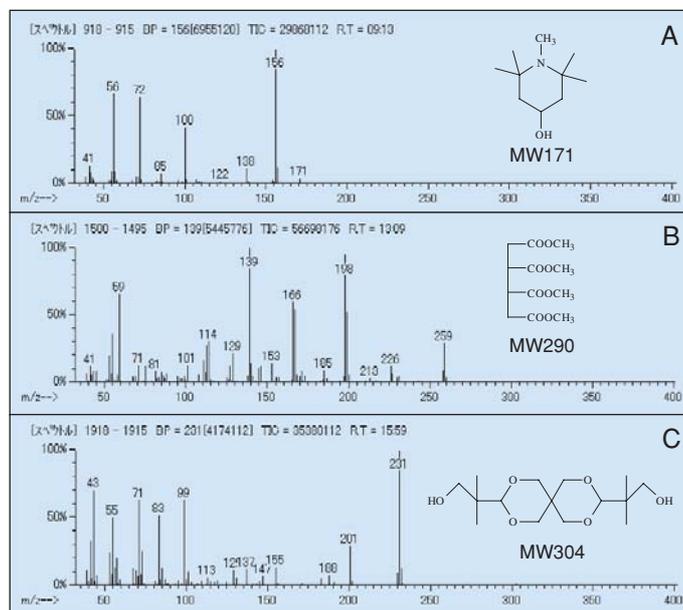


図3 アデカスタブLA-63のメタノール密封分解生成物のマススペクトル

光安定剤(HALS)の質量分析—その2

Q1000GCK9 + 高周波加熱装置 QUICKER1010

3-2 モデル塩化ビニルシート中のHALS分析

実験2-2-3の方法でシート20mgをメタノール200 μ Lで溶媒抽出後、その40 μ Lを実験2-2-2の方法で処理をし、その処理液の1 μ LをGC/MS測定した。処理の概略を図4、HALSを1500ppm添加した時のシートのTICと分解成分A~Cの特徴イオン(成分A： m/z 156、成分B： m/z 198、成分C： m/z 231)のマスキロマトグラム(MC)を図5に示す。図5から明らかなようにアデカスタブLA63の分解物が十分なイオン強度で確認できている。また、得られたマススペクトルのイオン強度はスペクトル判定には十分であったことから、定量分析も容易と思われた。なお、1回抽出した残渣樹脂を同様に再抽出して最終処理までを行い、分解物AおよびDOP等の添加物の残存も確認したところ、添加したHALSは1回の抽出で十分と判断された。

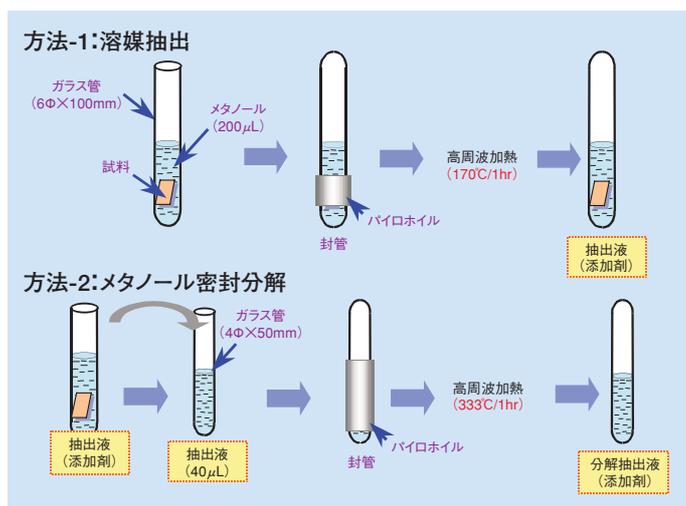


図4 高周波加熱装置を用いた溶媒抽出法及びメタノール密封加熱分解法

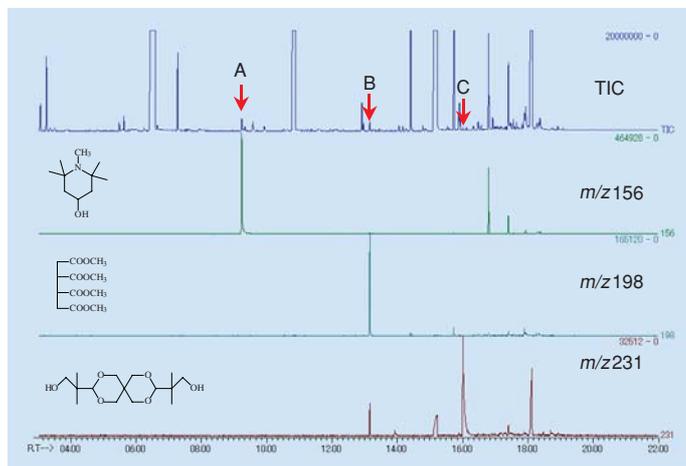


図5 MCによるHALS1500ppm添加塩ビシート抽出・分解物中のLA-63分解成分の確認

3-3 定量の可能性

HALS添加量500、1000、1500ppmの各モデルシートを処理した時の選択イオンモニタリング(SIM)モードによるクロマトグラムを図6に示す。得られた各分解成分A~CのSIMイオンの面積和と添加濃度との関係を調べたところ、概略定量には十分な直線関係(実験回数n=3)が得られた。

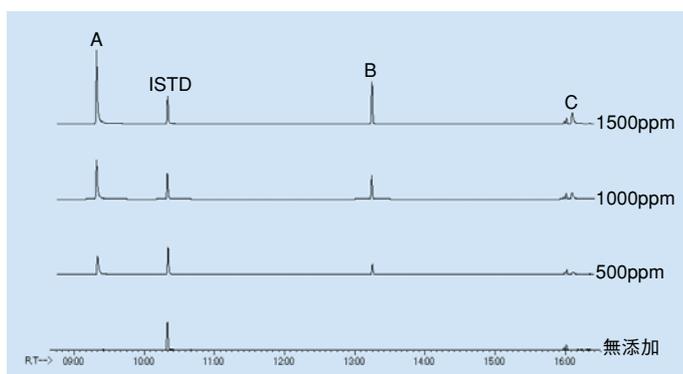


図6 標準添加塩ビシートからの分解物のSIMクロマトグラム (m/z 156+198+231)

4. まとめ

二段階の簡便な前処理(溶媒抽出、メタノール密封分解)を行うことによって、樹脂中に含まれる高分子量HALSを低分子量の特徴的な基本構成化合物として検出できることを確認し、概略定量の可能性も示唆できた。また、本法では多量に添加されているDOPがエステル交換により数種の低分子成分(C8アルコール、フタル酸ジメチル等)に変化したことから、高濃度の難揮発性高沸点化合物による測定装置の汚染も防げる効果があると思われた。

本法は密封したガラス試料管で前処理を行うことから、装置を汚染することなく簡便、迅速に分析試料溶液の調製ができる。したがって、GC/MS分析などでHALSを定性・定量する手段として有効な方法と考えられる。尚、本報告は学会既発表資料⁴⁾をまとめたものである。

文献

- 1) JEOL アナリティカルニュースNo071. p8 (2007)
- 2) 栗原、田上、東海林 分析化学 50 577 (2001)
- 3) 栗原、田上 1995年分析機器と解析システムに関する東京討論会講演要旨集、p.51 (1995)
- 4) 土屋、栗原 第13回高分子分析討論会講演要旨集、p.113 (2008)

本技術情報の執筆：DIC株式会社 総合研究所 分析センター
栗原 建二 <e-mail:kenji-kurihara@ma.dic.co.jp>

走査電子顕微鏡(SEM)の性能は格段の進歩を遂げています。現在、多くの種類のSEMが使われていますが、性能・機能には大きな差があります。これらのSEMをうまく使うためには、それぞれの特徴を認識しておくことが必要です、また、形像コントラストについても十分な理解が必要です。このような観点から実際にSEMを使っている人あるいはこれから使う人を対象としたSEMの原理、試料作製の基本、元素分析の基本などをシリーズで掲載いたします。

SEMの焦点深度

奥行きのある試料を見たとき、手前に焦点が合っていれば、奥の方は焦点がずれます。このようなとき、焦点がずれていてもボケが小さい場合は焦点深度が深い、ボケが大きい場合は焦点深度が浅い、といいます。図1に示すように、電子プローブの平行性が良い(開き角が小さい)と焦点が大きくずれてもボケは小さく、電子プローブが角度を持っている(開き角が大きい)とわずかに焦点がずれてもボケが大きくなります。光学顕微鏡のようにプローブを使わない場合は、試料から対物レンズを見込んだ角度(開き角)が小さいと焦点深度が深く、角度が大きいと焦点深度が浅くなります。一方、ぼけていても、倍率が低いとぼけていることがわかりませんが、倍率を上げるとボケがわかるようになります。すなわち、焦点深度は倍率によって変わります。

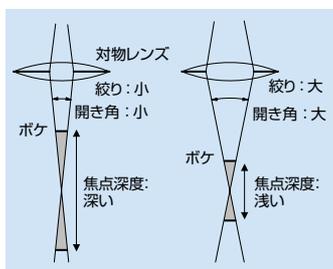


図1 電子プローブの開き角と焦点深度

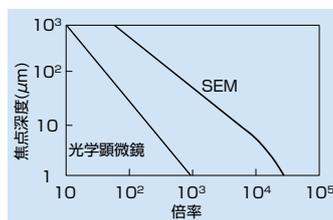


図2 SEMと光学顕微鏡の焦点深度

図2は、SEMと光学顕微鏡の焦点深度の違いをグラフにしたものです。光学顕微鏡の中でも実体顕微鏡では比較的焦点深度の深い像が得られますが、SEMでははるかに深い焦点深度が得られます。これは、光学顕微鏡の対物レンズの開き角と比較して電子プローブの開き角が小さいことが理由です。なお、SEMの焦点深度は観察条件によって変わります。

図3は、ネジの破断面を光学顕微鏡とSEMで観察したものです。凹凸が激しいため光学顕微鏡では焦点が合っているのは一部ですが、SEMでは全体がシャープに観察されます。

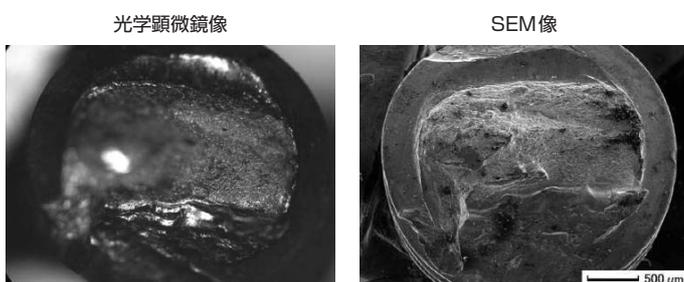


図3 同一視野の光学顕微鏡像とSEM像

二次電子

試料に電子が入射したときに、試料を構成する原子の価電子が放出されたものが二次電子です。エネルギーが極めて小さいため、試料の奥深い場所で生成されたものはすぐ試料中で吸収され、試料の極表面で生成されたものだけが試料外に放出されます。これは、表面に敏感なことを意味します。また、図4に示すように、電子線が試料に対して垂直に入射した場合に比べて、斜めに入射した方が二次電子の放出量は多くなります。図5に実際例を示しますが、結晶表面の明るさの違いは電子線の入射角の違いによるものです。このことから、表面の凹凸を観察するのに二次電子が使われるわけです。エネルギーが小さいことから試料近傍の電位の影響も受けやすく、帯電した試料では異常なコントラストを生じるほか、半導体デバイスの電位測定に使われることもあります。

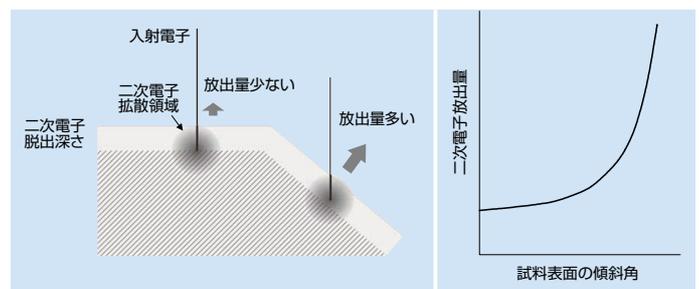


図4 電子プローブの入射角と二次電子放出量の関係

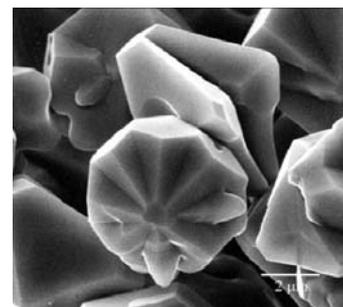


図5 酸化タングステン結晶の二次電子像

反射電子

反射電子は、入射電子が試料中で散乱していく過程で後方に散乱し、試料表面から再び放出されたもので、後方散乱電子とも呼ばれます。二次電子に比べて高いエネルギーを持っているので、比較的試料の奥からの情報を持っています。試料の組成に敏感で、図6に示すように試料を構成する物質の原子番号が大きいほど、反射電子は多く放出されます。すなわち、重い元素で出来たところほど明るくなるので、反射電子像は組成の違いを見るのに適しています。

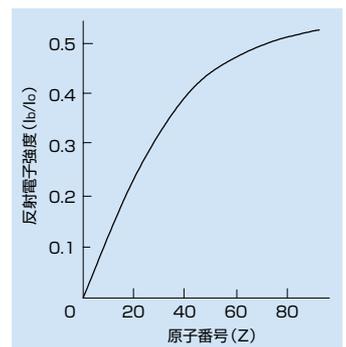


図6 反射電子強度の原子番号依存性

うための基礎知識……その1

子顕微鏡 JSMシリーズ

図7にその実際例を示します。一方、図8に示すように、試料表面に凹凸があると反射電子は鏡面反射方向に強い強度を持ちますから、表面の凹凸を観察することにも使えます。

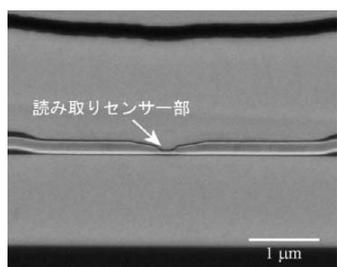


図7 反射電子組成像の例
試料：ハードディスク用磁気ヘッド像

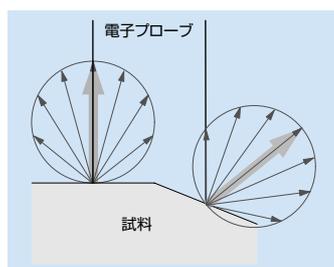


図8 電子プローブ入射角と
反射電子強度の関係

組成が均一な結晶性試料に電子が入射すると、図9に示すように、結晶の向きによって反射電子強度が変わります。これを利用すると結晶の方位の違いを像として観察することができ、電子チャネリングコントラスト (Electron Channeling Contrast: ECC) と呼びます。図10にその例を示しますが、試料をわずかに傾斜するとコントラストが変わるのが特徴です。

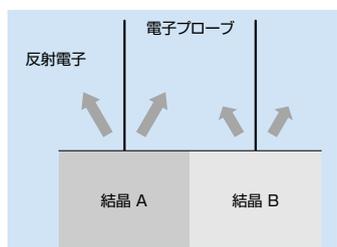


図9 結晶方位と反射電子強度の関係

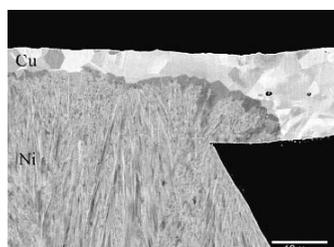


図10 電子チャネリングコントラストの例
試料：フレキシブル基板断面

エッジ効果

図11のように試料表面にステップ状の段差があったり、細い突起物があると、段差のエッジ部分がシャープな線ではなくある幅を持って明るくなったり、突起物全体が光るような現象が起きます。これをエッジ効果と言います。これは、図12のように、電子プローブが側壁から離れた位置に照射されていても、試料中で拡散した電子によって側壁から二次電子が放出されるために起きる現象です。

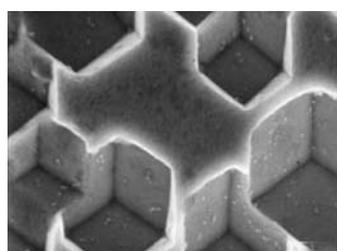


図11 エッジ効果の例
試料：鉄鋼のエッチピット 加速電圧25kV

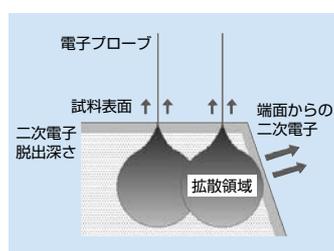


図12 入射電子の拡散とエッジ効果

加速電圧の影響

加速電圧を変えると試料に入射した電子の侵入深さが変わります。この結果、加速電圧を上げると、試料内部からの情報がバックグラウンドとなって試料表面のコントラストが低下します。試料内部では電子プローブは拡がってしまいますから、図13のように試料内部に構造物があるときは、構造物の像がぼけて重なることもあります。また、加速電圧が高くなるとエッジ効果も顕著になります。したがって、表面構造を見るためには低い加速電圧を使った方が良いでしょう。

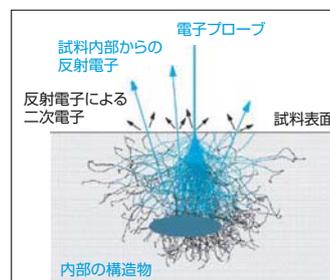


図13 内部構造の表面像への重なり

図14は加速電圧を変えて観察した窒化ホウ素の板状結晶です。原子番号が小さくしかも薄い結晶が重なったものですが、加速電圧が高いと下に重なった結晶が透けてしまっています。宙に浮いていると思われる結晶が明るく見えているのは結晶の裏側から放出された二次電子が検出されているためであり、暗く見えているのは下に重なった結晶のために二次電子が放出されないためと考えられます。加速電圧を1kVまで下げると結晶表面のステップ状の構造がコントラスト良く観察されます。

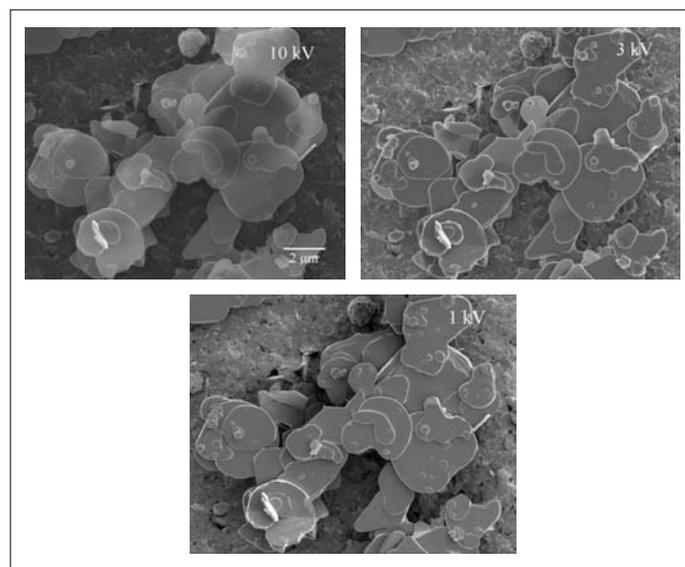


図14 加速電圧の違いによる二次電子像コントラストの違い
試料：窒化ホウ素の板状結晶

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(株) データムソリューション事業部
 ■ 時間：9:30～17:00

● 電子光学機器 ● 計測検査機器

装置	コース	期間	主な内容	8月	9月	10月	11月
TEM	基本	(1)TEM共通	TEMの基礎知識				
		(2)1010TEM標準	JEM-1010の基本操作	19~21	16~18	21~23	18~20
	応用	(3)電子回析標準	電子回析の基本操作	27~28			
		(4)分析電子顕微鏡	分析電子顕微鏡の測定法				26~27
SEM	基本	(1)6700F FE-SEM標準	FE-SEMの基本操作	5~7		7~9	
		(2)7000F TFE-SEM標準	TFE-SEMの基本操作		2~4		4~6
		(3)6510/6610SEM標準	JSM-6510/6610 SEM基本操作	18~20	8~10	13~15	17~19
		(4)LV-SEM標準	LV-SEM基本操作	21		16	
		(5)EDS分析標準	JED-2100EDS基本操作	25~26	15~16	20~21	
		(6)CP試料作製*	CPによる断面試料作製技法と実習	27~28	17~18	22~23	26~27
EPMA	基本	(1)定性分析標準	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	25~28		20~23	24~27
		(2)定量分析標準	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作		1~2	26~27	30~12/1
		(3)カラーマップ標準	JXA-8000シリーズ広域マップ基本操作		3~4	28~29	

*全く新しい断面試料作製法で従来までのFIB法、機械研磨法よりも精度の高い断面が簡単に得られます。
 ・定期講習にない機種におきましては、出張講習を行ないます。
 ・上記コース以外にも特別コースを設定することは可能です。

● 分析機器

装置	コース	期間	主な内容	8月	9月	10月	11月
NMR	基本	(1)ECA/ECX/ECSシリーズ	1D/2Dの ¹ H, ¹³ Cの基本操作	18~20	15~17	6~8	
		(2)NMRビギナーズ	NMR装置の基礎知識の整理				
	応用	(1)NOESY(1D&2D)	NOE測定知識の整理と確認		30		
		(2)NMR緩和時間測定	緩和時間測定と注意点				
		(3)固体NMR(Delta)	固体NMR測定基本操作	27~28			
		(4)DOSY(Delta)	DOSY測定と注意点				18
MS	基本	(5)多核NMR測定	多核測定のための知識と基本操作				
		(6)No-D NMR	No-D NMRの概要・測定操作			28	
		(1)T100LC/CS/LP基本	T100LPシリーズの基本操作		17~18		
		(2)T100GC基本	T100GCの基本操作				11~12
		(3)Q1000GCMkII基本	MSの定性・定量測定	26~27	16~17	21~22	25~26
		(4)Q1000GCK9基本	MSの定性・定量測定				1~2
		(5)MStation基礎	MS700の低分解能測定				21~23
MS	応用	(6)GC/MSビギナーズ	GC/MSの基礎知識				20
		(1)T100GC(FD)	T100GC FDの基本操作				13
		(2)MS700/800定量	MSの基礎的なSIM測定				11~13
		(3)精密質量測定	EI/FABの精密質量測定			4	
		(4)Q1000GCMkII定量応用	EsCrimeの応用操作	28	18	23	27
		(5)EsCrime基礎	EsCrimeの基本操作			10	
		(6)EsCrime応用	EsCrimeの応用操作			11	
J-Fluor	応用	(7)ヘッドスペースStrap	H.S.法によるVOC分析	7			6
		(1)RoHS分析	エレメントアナライザの基本操作技術				

- 「GC/MSビギナーズコース」と「NMRビギナーズコース」では、装置に関する基礎知識の解説を行います。操作実習は行いません。
- NMR応用コースは、ECA/ECX/ECSシリーズ(Delta)対象です。その他の装置の基本と応用コースについては別途お問い合わせください。
- 各コースの詳細については、ホームページをご参照ください。

講習会のお申し込みは日本電子(株) データムソリューション事業部
 ホームページにての受付をご利用下さい。

ホームページ <http://www.datum.jeol.co.jp>

電子光学機器・計測検査機器・分析機器講習会のお問い合わせは
 日本電子(株) データムソリューション事業部 総合企画推進室 R&Dビジネスサポート部
 講習受付 荻野まで
 TEL 042-544-8565 FAX 042-544-8461



日本電子は高い技術で品質と環境に取り組んでいます。

PRINTED WITH SOY INK. 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

2009年7月発行 No. 080

編集発行/日本電子(株) データムソリューション事業部

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

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)528-3381 FAX(042)528-3386
 支店：東京(042)528-3261・札幌(011)726-9680・仙台(022)222-3324・筑波(029)856-3220・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
 福岡(092)411-2381

データムソリューション事業部

サービスサポートセンター：

東京(042)526-5020・札幌(011)736-0604・仙台(022)265-5071・筑波(029)856-2000・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

<http://www.jeol.co.jp>

<http://www.datum.jeol.co.jp>

〒196-0022 東京都昭島市中神町1156
 ☎(042)542-1111 FAX(042)546-3352

No. 0201G956C (Kp)