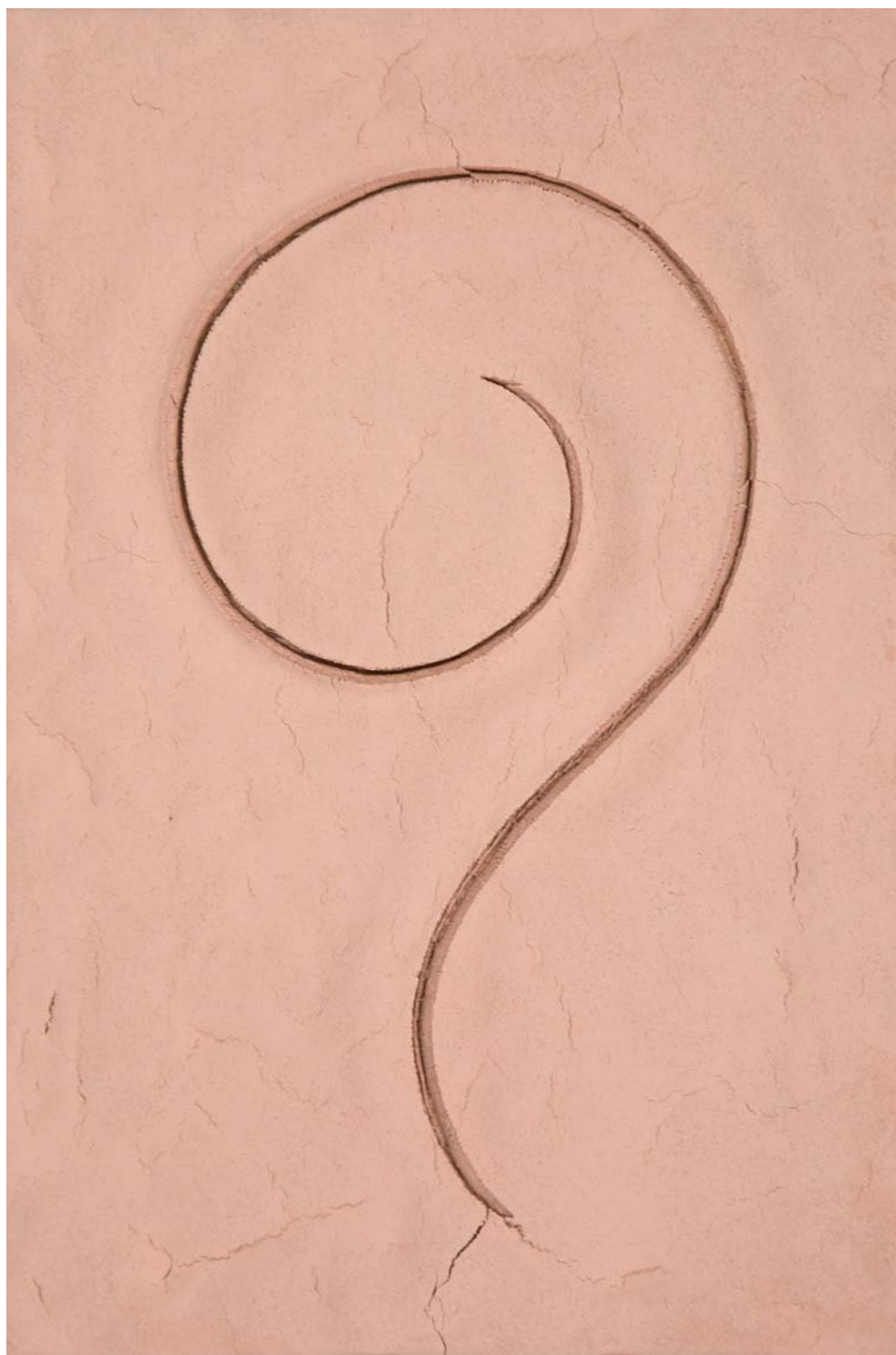


ANALYTICAL NEWS

JEOL

No. 081

日本電子株式会社



- トピックス
- JEOL DATUM INFORMATION
- 技術情報
JMS-T100LPによるIC-TOFMS分析
～植物由来の有機酸の分析～
- 新製品紹介
ClairScope JASM-6200
- 技術情報
SEMを使うための基礎知識……その2
金属錯体の蛍光エックス線分析と質量分析
- 講習会スケジュール

「2009分析展」出展のご報告



社団法人日本分析機器工業会主催の「2009分析展」が9月2日(水)～4日(金)の3日間、千葉・幕張メッセで開催されました。

JEOLグループでは「JEOL-Global Solution Provider for Advanced Technology」をキャッチフレーズに、最新装置を中心に、ソリューション別提案型展示でお客様をお迎え致しました。

今回は新たに「グリーンテクノロジーコーナー」を設け、リチウムイオン電池の電解液に関する分析例、太陽電池の電極を分析した測定例等のご紹介をはじめ、JEOLグループ アドバンスト・キャパシタ・テクノロジーズ社製品「プレムリス」を利用したソーラーパネルのご紹介を致しました。

新製品として、電子顕微鏡コーナーでは大気圧走

査電子顕微鏡「クリアスコープ」JASM-6200、走査型プローブ顕微鏡 JSPM-5410、New クロスセクションポリッシャ、超小型 EDS (元素分析装置) を装備した分析走査電子顕微鏡 JSM-6510LA の実機展示を行い、ご来場者の皆様より熱い視線をいただきました。



また、昨年ご好評頂きましたステップアップラボでは、昨年より拡張した展示スペースに JMS-T100GCV、JMS-Q1000GCMark II、JMS-T100TD、JMS-Q1000TD の4機種5台の質量分析計を稼働させ、多種多様なアプリケーションを実演させていただきました。

恒例になりました新技術説明会では、最新技術情報や分析手法について3日間で11テーマを発表させていただきました。

昨年度をはるかに上回る総計921名の皆様にご聴講いただきました。

お忙しい中、JEOL ブース及び新技術説明会に足をお運びいただいた皆様に、厚く御礼申し上げますとともに、今後とも JEOL グループをよろしくお願ひ致します。

特別価格キャンペーンのお知らせ

2009JEOL EPMA/表面分析ユーザーズミーティング開催記念 パーツご優待販売キャンペーン

期 間：2009年10月9日(金)～2009年11月30日(月)

優待価格：お買上金額定価合計が **20万円以上 15%OFF**
20万円未満 10%OFF

対象商品：●電子プローブマイクロアナライザ、走査電子顕微鏡関連部品・消耗品 ●表面分析機器 (Auger、XPS) 関連部品・消耗品 ●走査プローブ顕微鏡 (SPM/TM) 関連部品・消耗品 ●断面試料作製装置 (クロスセクションポリッシャ)、薄膜試料作製装置 (イオンスライサ) 関連部品・消耗品

2009JEOL TEMユーザーズミーティング開催記念 パーツご優待販売キャンペーン

期 間：2009年10月23日(金)～2009年11月30日(月)

対象商品：●透過電子顕微鏡関連部品・消耗品
優待価格：お買上金額定価合計が **20万円以上 15%OFF**
20万円未満 10%OFF

2009JEOL 分析機器ユーザーズミーティング開催記念 パーツご優待販売キャンペーン

期 間：2009年10月20日(火)～2009年12月20日(日)

優待価格：お買上金額定価合計が **20万円以上 15%OFF**
20万円未満 10%OFF

対象商品：●核磁気共鳴装置 (NMR) 関連部品・消耗品 ●電子スピン共鳴装置 (ESR) 関連部品・消耗品 ●質量分析装置 (MS) 関連部品・消耗品 ●その他、分析機器付属装置関連部品・消耗品

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
TEL.042-526-5098 FAX.042-526-5099

セミナー開催のご案内

EDS・WDSセミナー ～基礎の基礎講座～

■日時：2009年11月13日(金)
13:20～17:30(受付12:30～)

■会場：(株)新梅田研修センター Mホール
大阪市福島区福島6-22-20 TEL.06-4796-3371
JR大阪駅 徒歩12分 無料直通シャトルバスで5分
(大阪駅 桜橋口より20分おきに出発)

■セミナーの内容

1. 「X線分析の手法」EDSとWDSの違いについて
2. 「EDS入門」
3. 「失敗しないEDS分析法」SEM・EDSの設定条件と操作
4. WDS入門
5. 「分析用試料作製の留意点」

講師：データムソリューション事業部
R&Dビジネスサポート部長

定員 100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
TEL.042-526-5095 FAX.042-526-5099

2009EPMA・表面分析ユーザーズミーティング開催

EPMAおよび表面分析に関する応用技術、解析法などを紹介させていただく場として、また、多くの分野でお使いのユーザー様の応用データを交えた発表を聞ける場として、好評を得ています「EPMA・表面分析ユーザーズミーティング」を開催いたしました。

今回も東京で2日→1日目：EPMA関係、2日目：表面分析関係 (Auger、XPS) と大阪では1日、EPMAおよび表面分析関係を合わせたプログラムで開催をいたしました。両会場とも多くの方に参加をいただき、合わせて約580名の方が最先端の講演と併設のポスター会場で熱心な質疑応答などが行われました。

「WDS・EDSの基礎」の講演から最先端の分野で活躍されている方々からの講演まで、熱心なミーティングとなりました。講演では最新のEPMA技術、試料作製手法、AESでの化学状態分析、XPSの測定データ解析手法—興味ある講演と参加されて方から評価を受けました。



植物は根から様々な有機酸を分泌することによって、土中に含まれる有害金属等の吸収を疎外したり、栄養分の吸収を促進させる機能を持っている。これらの有機酸は植物の種類、阻害あるいは吸収する対象物質、環境などによっても異なっており、植物の機能解明のためにはこのような有機酸の正確な同定が必要である。今回は、植物が根から分泌する有機酸について、定性能力の高いIC-TOFMS（イオンクロマトグラフー飛行時間質量分析計）を用いて同定を行った例を紹介する。



サンプル及び測定条件

サンプル

カドミウムを添加した土で培養したトマトの根を洗浄後、超純水に浸した浸出液

使用装置

質量分析計 JMS-T100LP “AccuTOF LC-plus”
イオンクロマトグラフ ICS-3000 (ダイオネクス)

IC条件

カラム Ion Pac AG17/AS17 (ダイオネクス)
溶離液 水酸化カリウム
グラジエント 1mM (0-3min)-20mM (10min)-35mM (14min)
溶離液流量 0.25mL/min
サブレッサ ASRS-ULTRA II エクスターナルモード、35mA
試料導入量 10 μ L

MS条件

イオン化法 ESI(-)
測定範囲 m/z 10~400
ニードル電圧 2,000V
脱溶媒室温度 250 $^{\circ}$ C
オリフィス1 電圧30V
オリフィス2 電圧5V
リングレンズ 電圧10V
イオンガイド 電圧200V

IC-TOFMS分析 ～植物由来の有機酸の分析～

00LP “AccuTOF LC-plus”

結果

Fig.1 はトマトの根から抽出された浸出液を測定した結果、得られたCODAクロマトグラムである。メインピークはLactateで、他にも無機イオンなど複数の陰イオン成分が確認された。Fig.2 は主な有機酸のマススペクトルである。これらの有機酸について、精密質量から組成推定を行った結果 (Table1)、全て $1 \times 10^{-3}u$ 以下の誤差で有機酸を同定することができた。このように、IC-TOFMSを用いることで、植物から分泌される有機酸などのイオン成分の同定を高感度、高精度に行うことが可能であった。

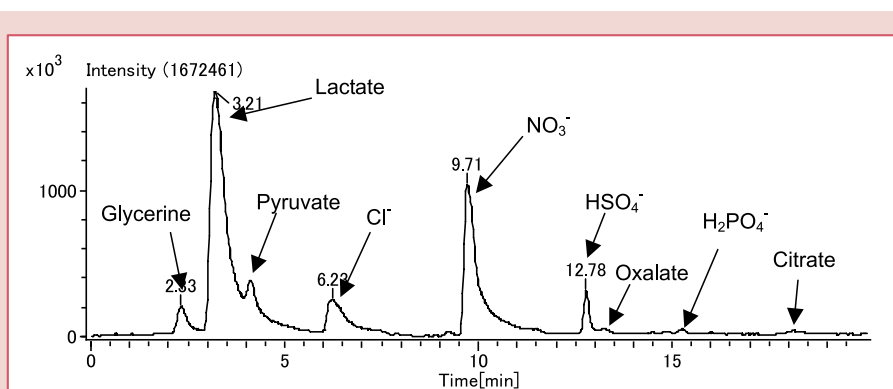


Fig.1 CODA chromatogram of extracted anions from roots of tomato.

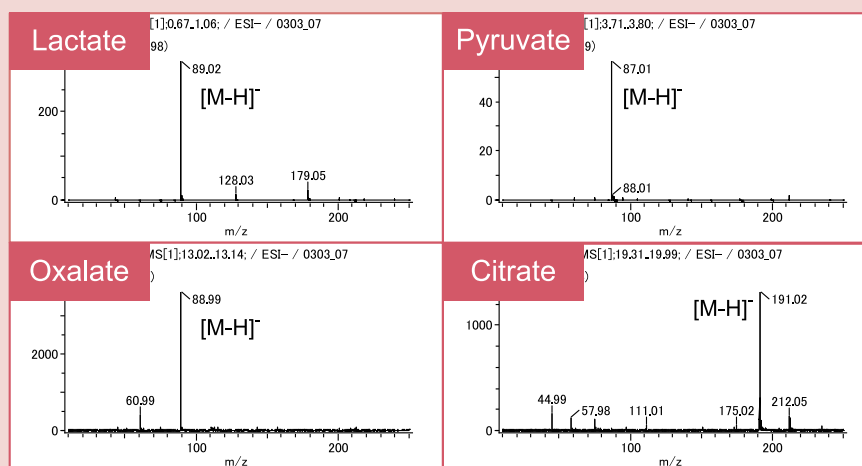


Fig.2 Mass spectra of organic acids.

Table1. Result of elemental composition estimation.

	Observed mass	Formula	Exact mass	Error ($10^{-3}u$)
Lactate	89.02355	$C_3H_5O_3$	89.02387	0.32
Pyruvate	87.00808	$C_3H_3O_3$	87.00822	0.14
Oxalate	88.98741	C_2HO_4	88.98748	0.08
Citrate	191.01837	$C_6H_7O_7$	191.01918	0.81

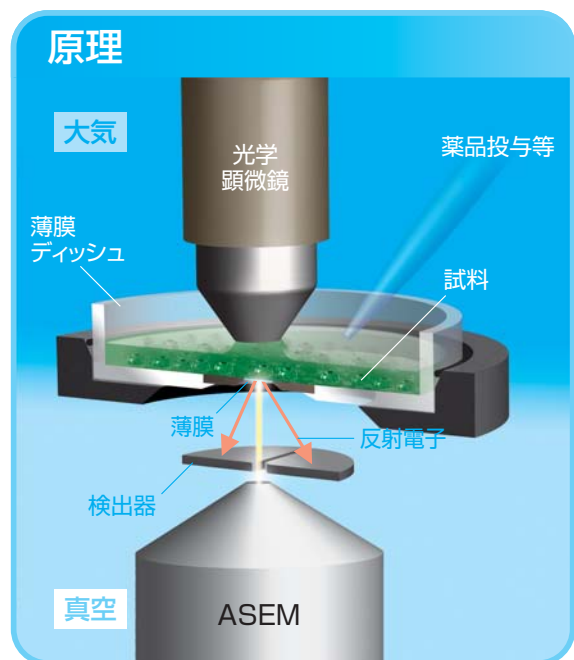
謝辞

本分析において、サンプル及び情報をご提供いただいた中央大学理工学部応用化学科の古田直紀教授に感謝いたします。

走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) は分解能が10 nm 以下と光学顕微鏡を遥かに上回りますが、電子線の散乱を防止する為に試料を真空中に保持することが必須でした。その為、液体中やガス中の試料を観察することができませんでした。この問題を解決する装置が *ClairScope*™ です。

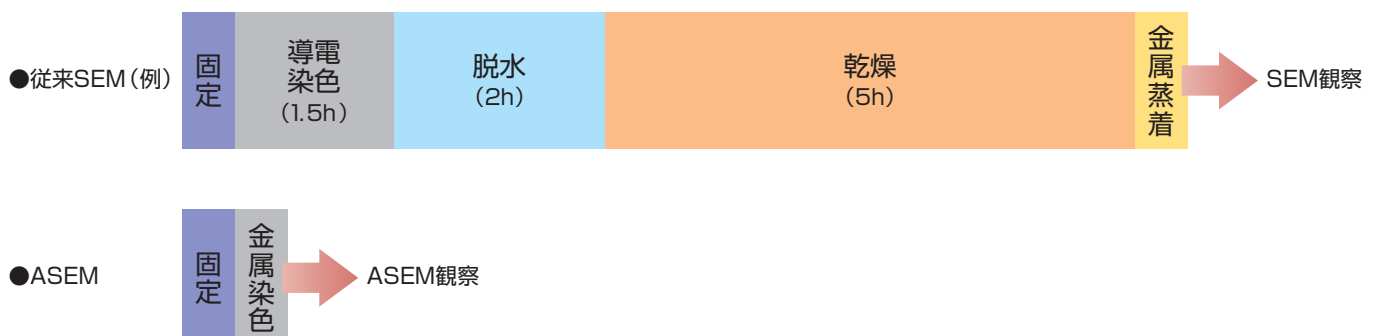
試料は完全な大気圧下に保持される為、液体中やガス中における物理・化学的な現象を、動的に観察できます。また、生体試料では、脱水・乾燥等の熟練が必要な前処理が不要となり、ハイスループット観察が可能になります。これまでの真空雰囲気というハードルを取り除くことにより、様々な可能性が広がります。

本装置は、倒立したSEM先端を薄膜でシールし、真空と大気を完全に隔離できるASEM (Atmospheric SEM) を搭載しております。薄膜は十分薄く、電子線を透過させることができます。薄膜は試料を載せる薄膜ディッシュの中心に加工してあります。薄膜上の試料に薄膜を介して電子線を照射し、試料からの反射電子を検出することでASEM像を取得します。



簡単な前処理【バイオ】(観察前処理時間を大幅に短縮)

生体試料については、従来のSEMで必須であった、熟練が必要な脱水・乾燥が完全に不要となりました。このため、観察前処理時間を大幅に短縮し、誰にでも簡単に観察ができます。



わずか10~20分(例)

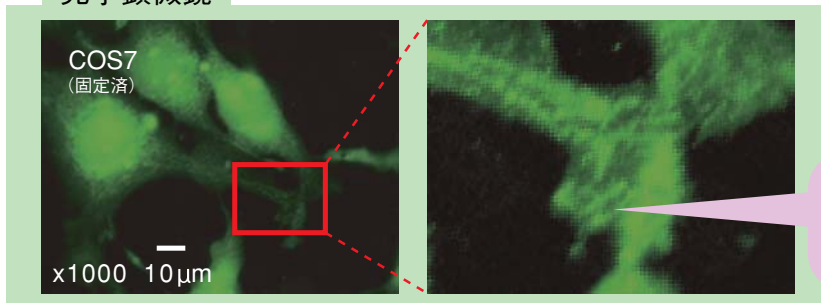
での高分解能観察を求め...

rScope JASM-6200

ASEMと光学顕微鏡の同視野観察(光学顕微鏡による組織特定とASEMによる高分解能観察)

試料ご提供：
産業技術総合研究所
佐藤 主税 先生、
小椋 俊彦 先生

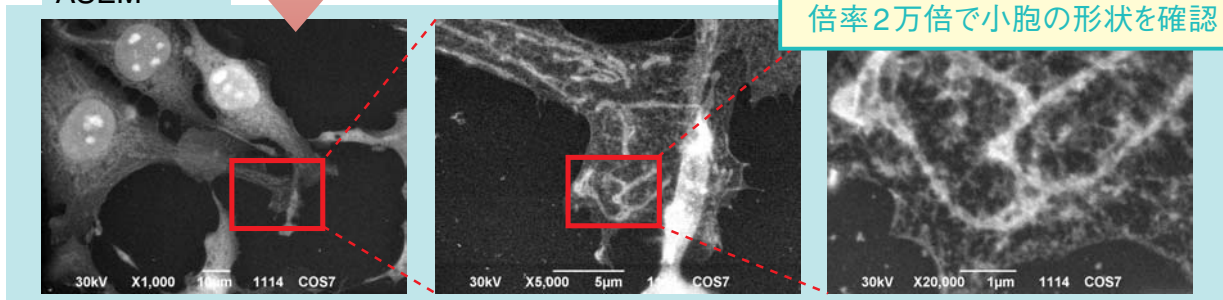
光学顕微鏡



蛍光染色により部位(小胞)を特定した上で、ASEMで高分解能観察をすることができます。

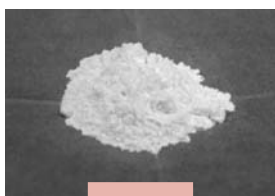
ASEM用染色(10分)

ASEM



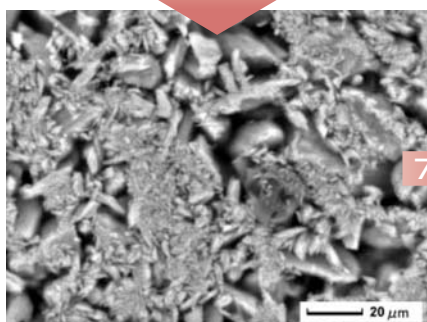
COS7細胞の小胞を蛍光染色(Anti-protein disulfide isomerase mouse IgG2b + Alexa Fluor 488 goat anti-mouse IgG (H+L))し、光学顕微鏡で確認しました。光学顕微鏡では倍率1000倍程度できれいな撮像が可能です。ASEMを用いることによりさらに高倍率の撮像が可能です。

石膏の加水反応(動的観察)

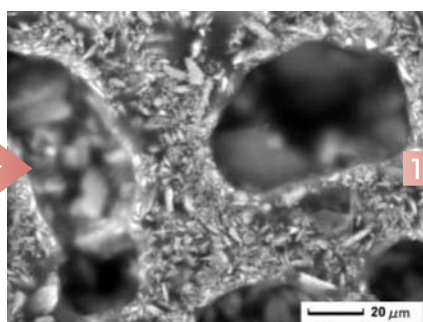


水滴下

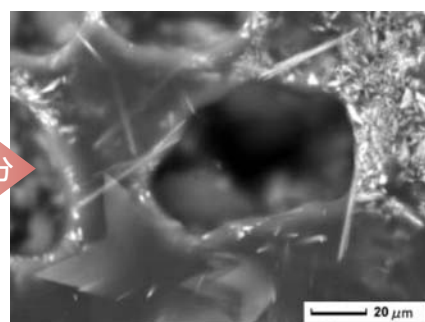
ディッシュが開放されているため、簡単に液体を滴下することができます。



7分



13分



石膏から針状結晶が生成、成長する過程を取得しました。

走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM) は試料の表面を見る装置です。細い電子線 (電子プローブといえます) を試料に照射すると、試料表面から二次電子が放出されます。電子プローブを二次元的に走査しながら、二次電子の多い少ないを検出して1枚の画像にすると、試料表面の凹凸を観察することができます。

SEMの構造

装置の構成

SEMには、電子プローブを作るための電子光学系、試料を載せるための試料ステージ、二次電子を検出するための二次電子検出器、画像を表示するための表示装置、種々の操作を行うための操作系などがが必要です (図1)。電子光学系は、電子プローブを作るための電子銃、集束レンズ、対物レンズと、電子プローブを走査するための走査コイル、などで構成されています。

電子光学系 (鏡筒内部) および試料周囲の空間は真空になっています。

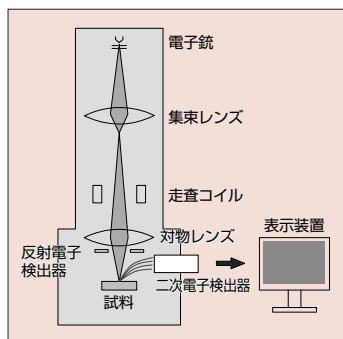


図1 SEMの基本構成

熱電子銃

電子線を発生する部分で、図2に構造を示します。細い (0.1 mm 程度) タングステン線で出来たフィラメント (陰極) を高温 (2800 K 程度) に加熱すると熱電子が放出されます。対向して置いた金属板 (陽極) にプラスの高電圧 (1 ~ 30 kV) を掛けると熱電子は電子線となって陽極に流れ込みますが、陽極中央に孔をあけておくと電子線は孔を通過して流れ出

します。陰極と陽極の間に電極を置きマイナスの電圧を掛けると、電子線の電流量を調整することができますが、この電極 (ウェーネルト電極と呼びます) の作用で、電子線は一度細く絞られます。一番細くなったところをクロスオーバーと言い、実質的な光源となりますが、この直径は15~20 μmです。ここで説明したのは、熱電子銃と呼ばれるもので、最も一般的に使われていますが、他に電界放出電子銃、ショットキー電子銃などが使われます。熱電子銃の陰極としては、タングステン線のほかに、LaB₆の単結晶が使われることもあります。活性が高いのでやや高い真空が必要です。

電界放出電子銃

高分解能SEMで使われている電子銃は電界放出電子銃 (Field Emission Electron Gun : FE電子銃) です。金属表面に高い電界を掛けたときに起きる電界放出現象を利用したもので、実際の構造は図3のようになっています。細いタングステン線に同じくタングステン単結晶が取り付けられており、その先端は100 nm程度の太さに成形されています。これをエミッタと呼びます。このエミッタに対向する位置に置かれた金属板に数kVの電圧を印加すると、エミッタからトンネル効果によって電子が放出されます。

金属板の中央に孔を開けておくと電子線が流れ出すので、その後ろに置いた電極に電圧を印加することで所定のエネルギーの電子線を得ることができます。電界放出を起こすためにはエミッタの先端は清浄でなければならないので10⁻⁸Pa程度の超高真空中に置く必要があります。

エミッタから放出された電子線はあたかも5~10 nmの大きさの電子源から放出されたように振る舞います。熱電子銃の場合、電子源の大きさは10~20 μmですから、これと比べてはるかに小さく、高分解能SEMの電子源として適しています。また、加熱を伴わないため放出される電子のエネルギーのばらつきが少ないのも特長です。低加速電圧では電子のエネルギーのばらつきが分解能を決める (色収差といえます) ので、これは極めて重要なことです。

ショットキー電子銃

加熱された金属表面に高い電界を掛けた時に起きるショットキー放出 (Schottky emission) と呼ばれる現象を利用したものです。陰極 (エミッタ) としては、先端曲率半径が数百 nm のタングステン単結晶をZrO₂で被覆したものが用いられます。ZrO₂の被覆が仕事関数を大きく低下させており、1800K程度の比較的低い陰極温度で大きな放出電流が得られます。

図4に示すように、エミッタから放出される熱電子を遮蔽するため、サブレッサと呼ばれる電極にマイナスの電圧が印加されています。電子銃部は10⁻⁷Pa程度の超高真空中に置かれますが、エミッタが高温に保たれているためガス吸着が無く、電流安定度が優れているのが特長です。FE電子銃に比べると、放出電子のエネルギー幅はやや大きいものの、大きなプローブ電流が得られるなどの特長があり、形態観察と同時に各種分析を重視する場合に用いられます。この電子銃は、便宜的に熱陰極FE電子銃あるいは加熱形FE電子銃と呼ばれることがあります。

3種類の電子銃の特徴

図5は、熱電子銃、FE電子銃、ショットキー電子銃の特長をレーダーチャートにまとめたものです。光源の大きさ、輝度 (電子線の電流密度・平行性を意味する量)、寿命、エネルギーのばらつき (エネルギー幅)、といった点ではFE電子銃が優れていますが、プローブ電流量、電流安定度といった点では熱電子銃が優れています。これらの特性から、高倍率での形態観察にはFE電子

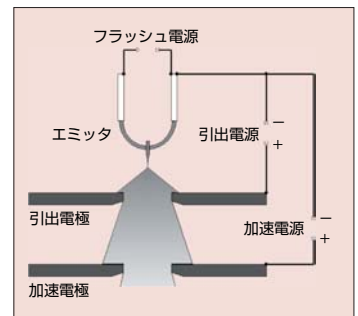


図3 電界放出電子銃の構造

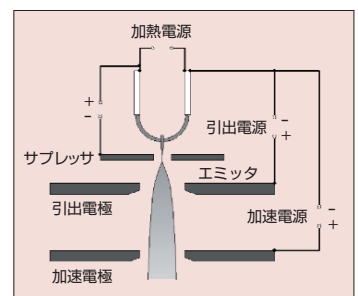


図4 ショットキー電子銃の構造

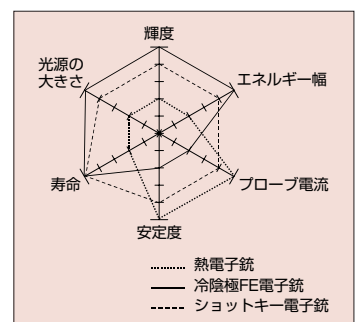


図5 電界放出電子銃の構造

子顕微鏡 JSMシリーズ

銃が向いており、それほど高倍率を必要としない分析などの多目的な使い方には熱電子銃が向いていることがわかります。ショットキー電子銃は両者の中間的な特性を持っており、高倍率観察から分析まで幅広い対応が可能です。

表1は3種の電子銃の特徴をまとめたものです。

表1 各種電子銃の特徴

	熱電子銃		FE電子銃	ショットキー電子銃
	タンガステン	LaBe ₆		
光源サイズ	15~20 μ m	10 μ m	5~10nm	15~20nm
輝度 (Acm ² rad ⁻²)	10 ⁵	10 ⁶	10 ⁸	10 ⁹
エネルギー幅 (eV)	3~4	2~3	0.3	0.7~1
寿命	50 h	500 h	数年	1~2年
陰極温度 (K)	2800	1900	300	1800
電流変動 (1時間当たり)	<1%	<2%	>10%	<1%

輝度は20kVでの数値

二次電子検出器

試料から放出された二次電子を検出するのが二次電子検出器で、図6にその構造を示します。先端にはシンチレータ(蛍光物質)が塗ってあり、10 kV程度の高電圧が掛かっています。試料から放出された二次電子はこの高電圧に引き寄せられてシンチレータに衝突し、発光します。その光はライトガイドを通して光電子増倍管に導かれ、再び電子に変換・増幅されて、電気信号になります。シンチレータの前にはコレクタと呼ばれる補助電極が置かれており、数百Vの電圧が掛けられるようになっていますが、この電圧を変えることで二次電子を沢山集めたり、カットしたりすることができます。この検出器の原型はEverhartとThornleyが開発したことから、E-T検出器と呼ばれることがあります。多くのSEMはこのタイプの検出器を試料室に取り付けています。

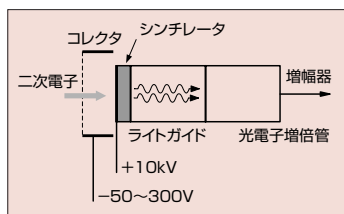


図6 二次電子検出器の構造

二次電子検出器の照明効果

二次電子像では、電子プローブに対して試料表面が垂直になっている場合が暗く、傾斜が大きくなるにつれて明るくなりますが、実際のSEM像では二次電子検出器の位置の影響が加わります。図7は、二次電子検出器に入射する二次電子の軌道を示したものです。二次電子は、二次電子検出器先端に印加された高電圧により加速されて検出器に入射しますが、検出器の反対方向に放出された二次電子もエネルギーが低いため検出器に引き込まれます。検出された電子の軌道は照明方向を意味するので、無影照明のような照明効果を与えることになります。一方、エネルギーの比較的高い反射電子の一部も検出器に入射しますが、これは、方向性を持った照明効果を与えます。両者を併せた結果として、検出器方向から柔らかい照明を当てたような像が得られます。二次電子の軌道は試料に対する照明の方向となります。実際のSEM像では二次電子検出器のところに光源を置いて試料を照らし、電子プローブの方向から観察していると考えます。

上に述べたのは多く用いられているE-T検出器の場合です。

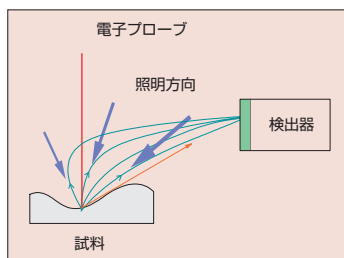


図7 二次電子検出器の照明効果

反射電子検出器

試料には組成情報とともに、試料表面の凹凸の情報が混在しています。反射電子像におけるこの二つの情報は、光軸に対して対称な位置に半導体検出器を設け、その各々の出力信号を電気的に演算することによって分離することができます。

図8のように、各々の信号を加算すると組成像が得られ、減算すると凹凸像が得られます。

また、結晶性試料の場合、組成像ではその結晶の傾きがブラッグ条件の前後で反射電子強度が大きく変わることを利用して、結晶方位の異なりをチャネリングコントラストとして捕らえられます。

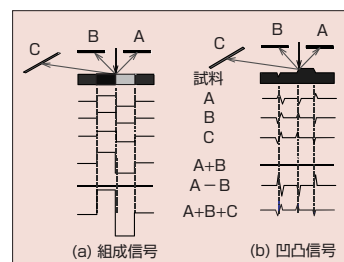


図8 組成像、凹凸像の立体像の原理
各検出器に入ってくる信号量を示します。AとBの信号量を加算すると凹凸信号がキャンセルされて組成信号のみが残り、減算すると組成信号がキャンセルされて凹凸信号のみが残ることがわかります。

反射電子検出器の照明効果

反射電子の場合も二次電子の場合と同様に検出器から照明を当てたような像が得られます。ただし、反射電子は二次電子像と違って直進して検出器に入射するので、検出器の位置によって見え方が大きく変わり、また陰影感の強い像となります。図9は、反射電子検出器の1例です。試料の真上に、電子線に対して対称な位置に2つの検出器が置かれています。出力信号の演算A-Bを行うと、検出器Aから照明を当てたような像になるので、試料表面の凹凸が観察されますが、出力信号の演算A+Bを行うと、電子プローブの方向から照明を当てたようになるので、表面の凹凸は消えてしまい、組成の違いが観察されます。

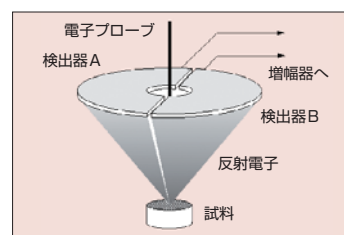


図9 2分割反射電子検出器

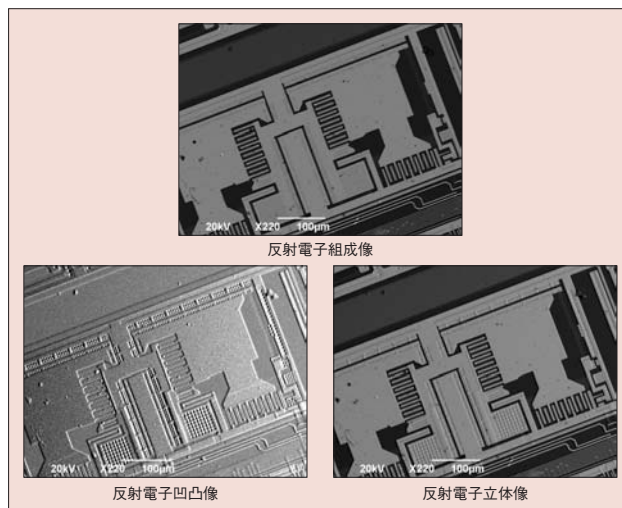


図10 試料：IC 倍率：×160

組成像は組成情報のみの観察、凹凸像は凹凸情報のみの観察となります。立体像は組織情報と凹凸情報が混在しています。

蛍光エックス線分析と質量分析の共通点は元素分析である。分析精度は異なるが、互いの長所を活かすと十分に期待できる分析手法となる。最近ではRoHS関連物質を蛍光エックス線分析でモニターした後、精査のためにICPMSやGC/MSで評価している。しかし、有機化合物を取り扱っている研究者にとって蛍光エックス線分析は馴染みが薄い。物質表面層の金属分析のイメージが強く、有機物分析には不向きとされているのであろう。元素分析の観点からは重元素のみならず有機化学で取り扱うS、P、Si、Iなどの元素の存在も評価できると思われる。有機物質を取り扱う質量分析ではPやIの元素は100%の同位体を有しているため、マススペクトルから確認は難しいところがある。蛍光エックス線分析を行うとPやIの存在を示すスペクトルを与えるので、精密質量からの元素分析に期待できる。併用して分析することは非常に興味のあるところである。ここでは顔料などの金属錯体の評価のために蛍光エックス線分析と質量分析を合わせて解析を行った。

1. 蛍光エックス線分析の原理

図-1に示すように試料にエックス線を照射すると試料に含まれる元素特有のエネルギーを持つ蛍光エックス線が発生する。この蛍光エックス線を検出し、スペクトルとしてモニターする。横軸はkeVのオーダーのエネルギー分布を示し、それぞれのピークに相当する元素の種類が判明する。縦軸はエックス線強度であり元素の濃度に相当する。分析対象試料は金属材料やプラスチック、土壌、ガラスなど多岐にわたる。分析の最大の特長は非破壊分析であること、本装置では周期律表の ^{23}Na から ^{235}U までの種々の元素まで検出できる。検出感度はppmのオーダーである。重元素ほど感度は高くなる。何よりも便利なのは前処理が不要であり測定は数分ほどの短時間で済むことである。未知試料の分析の第一選択肢には非常に適している。最近ではRoHS関連物質の分析ばかりでなく、食品中のミネラルの分析さらにはメッキの厚みの測定など種々の分析に多用されている。

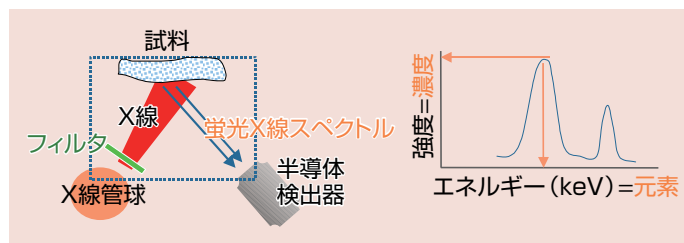


図-1 蛍光エックス線分析の概要

2. 測定条件

試料として市販のビタミンB₁₂とピグメントグリーンなどの金属錯体を用いた。蛍光エックス線装置はJSX-3100RII、管球電圧30kV、照射時間5分、コリメータ1mmの条件を選択した。試料はバックグラウンドの少なく、エックス線の透過性のよいフィルムに数mgを採り、図-2に示すように試料の

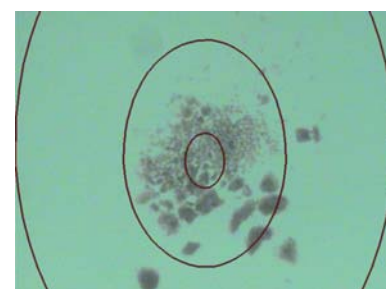


図-2 試料粉末にエックス線を照射しているときのCCDカメラ写真
コリメータ1mm、中心の楕円部に照射
下方から楕円の中心部に照射した。質量分析装置はJMS700、イオン化としてビタミンB₁₂の測定ではESIを、ピグメントグリーンの測定ではDEIとDCIの手法を選択した。

3. ピグメントグリーンの分析

フタロシアニン銅を完全に塩素化した物質である。化学構造は中心に銅の元素を含む。強い青色を示す。組成はC₃₂H₁₆CuN₈、分子量は1118.4。溶媒に不溶でESIやFABイオン化で分子量関連スペクトルを検出することは難しい。ほかのイオン化ではFDやEIイオン化もあるが、その中でベストであると思われるDEIとDCIで検討してみた。

DEIの手法はまず導入プローブの先端にある白金線に試料を塗布する。これに0~1Aまでプログラムした電流を通電する。試料の気化温度に相当する電流に達すると試料は気化する。気化したガスに熱電子を当てることによりEIイオン化が生じる。通常の直接試料導入法による試料の気化と比べると、400℃以上の高い温度が瞬時に得られるために高沸点成分の測定に適している。

このイオン化を通常のEIと区別しDEIと呼んでいる。イソブタンガスを導入し化学イオン化も行うこともできる。このようなイオン化をDCIと呼んでいる。

試料はクロロホルムに分散させ、上澄みを白金線に塗布した。電流は0~1Aまで0.25A/minのプログラムで制御し測定した。およそ0.6Aで出現しスペクトルが得られた。

構造的に16個の塩素を含有しており、電子捕獲型の特異的なイオン化が期待できるために負イオンDCIを選択した。図-3に蛍光エックス線スペクトルと負イオンDCIスペクトルを示す。目的の分子量が確認され、塩素を含む特徴的なピークを与えた。また34uごとに

RoHS分析：RoHS (restriction on hazard substances) 指令は規定濃度以上の特定有害物質(水銀、カドミニウム、六価クロム、鉛、ポリ臭化ビフェニル、ポリ臭化ビフェニルエーテル)を含有する電子・電気機器の使用制限についての欧州連合の指令である。これらの特定元素を分析することをRoHS分析と呼んでいる。RoHS分析のひとつの分析法として蛍光エックス線分析が多用されている。

ICPMS：誘導結合プラズマ質量分析
プラズマ(ICP)放電で発生したイオンを質量分析を行う手法である。周期表上のほとんどすべての元素を同時に測定可能であり、ppt以下の濃度レベルで測定できる。

光エックス線分析と質量分析

お困りの分析があれば解決いたします

スペクトルが出現しており塩素数が異なる成分と推察した。完全に塩素化されていないのであろう。また目的の分子ピークよりも44uごとに大きくスペクトルが出現している。付加イオンと考えられたが、分子量差と蛍光エックス線の分析結果から塩素の代わりに臭素が置換した成分の存在を推察した。

4. ビタミンB₁₂の分析

組成はC₆₃H₈₈CoN₄O₁₄P、分子量1354である。赤色を呈する。FABイオン化とESIで測定したが、FABでは(M+H)を、ESIでは強いナトリウム付加イオンスペクトルを与えた。図-4に蛍光エックス線

スペクトルと正イオンESIスペクトルを示す。Co元素は単一同位体として存在しており、MSスペクトルからはその存在を確認できない。蛍光エックス線の分析ではCoKaとCoKb₁のスペクトルを与え、Co元素の存在を確認することができた。

以上、金属錯体の蛍光エックス線と質量分析を検討した。蛍光エックス線分析は元素分析の観点から元素の存在を明確にすることができた。質量分析と併用することにより構造解析に期待できることが判明した。今後はPやI、S、Si元素を含む有機化合物の構造解析に展開していきたい。

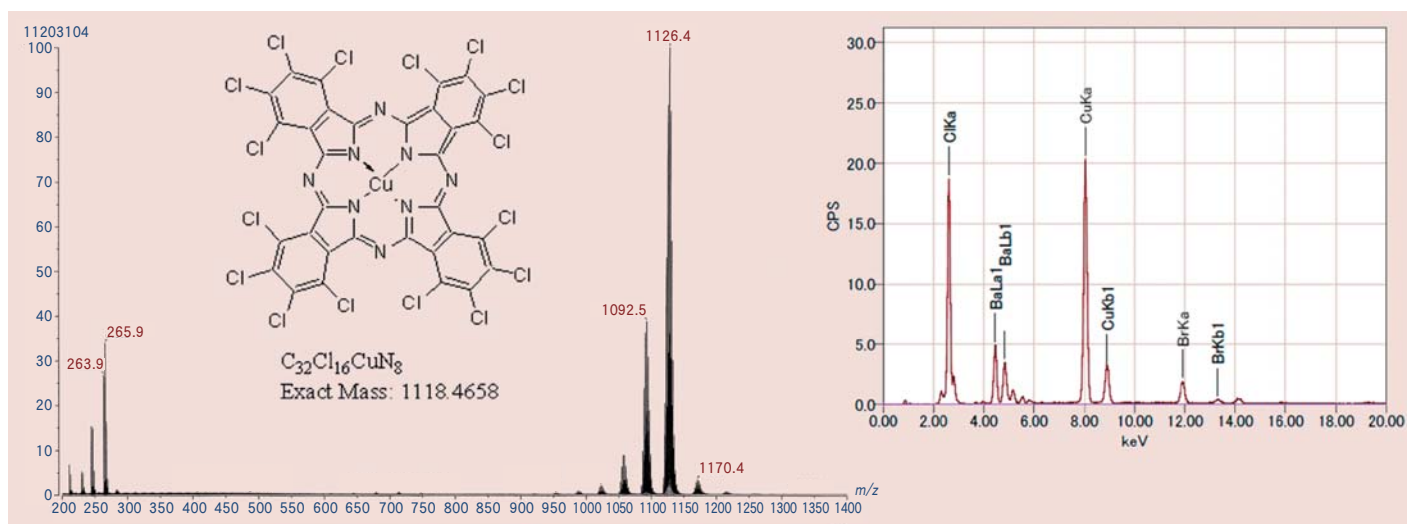


図-3 ピグメントグリーンを負イオンDCIスペクトルと蛍光エックス線スペクトル

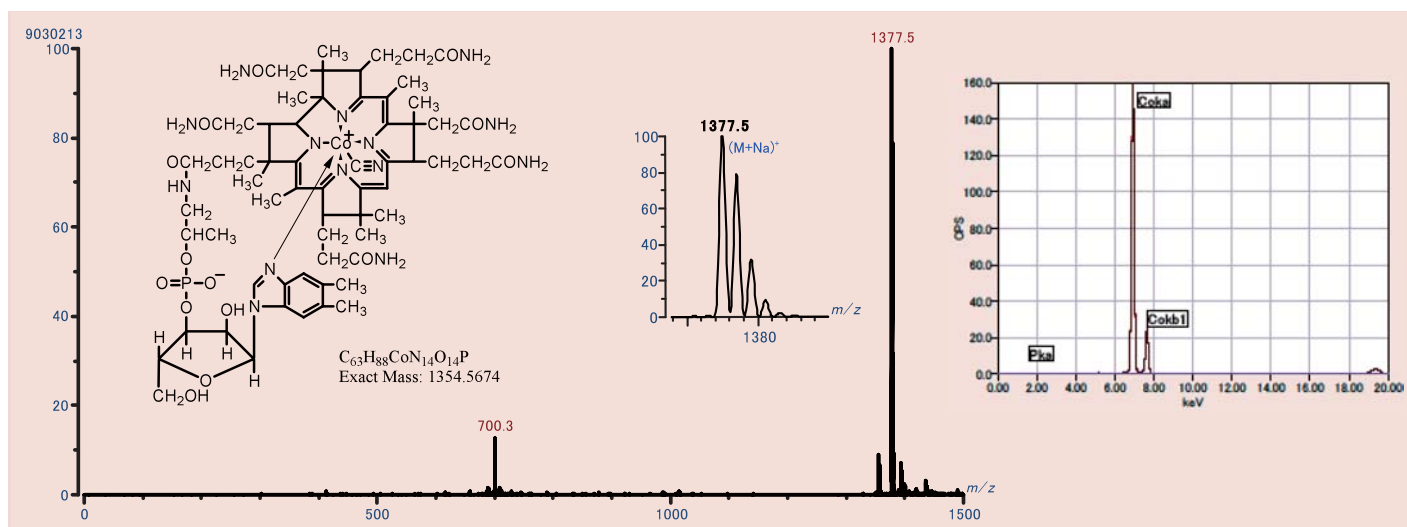


図-4 ビタミンB₁₂の正イオンESIスペクトルと蛍光エックス線スペクトル

* 金属錯体の分析のみならずお困りの分析があれば遠慮なく相談してください。

TEL : 042-542-5502 担当 : 松浦

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	11月	12月	1月	2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	18~20	9~11	20~22	17~19
	応用	(3)電子回析標準	電子回析の基本操作		17~18		25~26
		(1)分析電子顕微鏡	分析電子顕微鏡の測定法	26~27			
SEM	基本	(2)生物試料固定包埋	生物試料の固定包埋法と実習	11	2	13	3
		(3)ウルトラマイクローム	マイクロームの切削技法と実習	12~13	3~4	14~15	4~5
		(4)IS試料作製	ISによる各種薄膜試料作製				
		(1)6700F FE-SEM標準	FE-SEMの基本操作		2~4		3~5
		(2)7000F TFE-SEM標準	TFE-SEMの基本操作	4~6		27~29	
		(3)6000シリーズSEM標準	JSM-6000シリーズSEM基本操作				
		(4)6510/6610SEM標準	JSM-6510/6610 SEM基本操作	17~19	8~10	13~15	16~18
EPM A	基本	(5)LV-SEM標準	LV-SEM基本操作		11		19
		(6)EDS分析標準	JED-2100EDS基本操作		15~16	26~27	23~24
		(7)CP試料作製	CPによる断面試料作製技法と実習	26~27	17~18	28~29	25~26
EPM A	基本	(1)定性分析標準	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	24~27		26~29	23~26
		(2)定量分析標準	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作		11/30~12/1		1~2
		(3)カラーマップ標準	JXA-8000シリーズ広域マップ基本操作		2~3		3~4

*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	11月	12月	1月	2月
NMR	基本	(1)ECA/ECX/ECGシリーズ	1D/2Dの ¹ H, ¹³ Cの基本操作		8~10	12~14	16~18
		(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				
		(2)NMR緩和時間測定	緩和時間測定と注意点		18		
		(3)固体NMR(Delta)	固体NMR測定基本操作				25~26
		(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			28~29	
		(6)No-D NMR	No-D NMRの概要・測定操作				
		(1)T100LC/CS/LP基本	T100LPシリーズの基本操作				21~22
		(2)T100GC基本	T100GCの基本操作	11~12			
		(3)Q1000GCMKII基本	MSの定性・定量測定	25~26	16~17	27~28	24~25
		(4)Q1000GCK9基本	MSの定性・定量測定		3~4		
	応用	(5)MStation基礎	MS700の低分解能測定				17~19
		(6)GC/MSビギナーズ	GC/MSの基礎知識	20			
MS	応用	(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				
		(3)MS-700精密質量測定	EI/FABの精密質量測定				22
		(4)Q1000GC MKII CI/DI	化学イオン化および直接導入による測定				
		(5)Q1000GCMKII定量応用	Escrimeの応用操作	27	18	29	26
		(6)Escrime基礎	Escrimeの基本操作		10		18
		(7)Escrime応用	Escrimeの応用操作			11	19
		(8)ヘッドスペースStrap	H.S.法によるVOC分析	6			
支店	(1)RoHS分析	1日	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/ECG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組んでいます。



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
 2009年10月発行 No. 081

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 TEL(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
 TEL(042)542-1111 FAX(042)546-3352

No. 0201J920C (Kp)