

ANALYTICAL NEWS

No.086

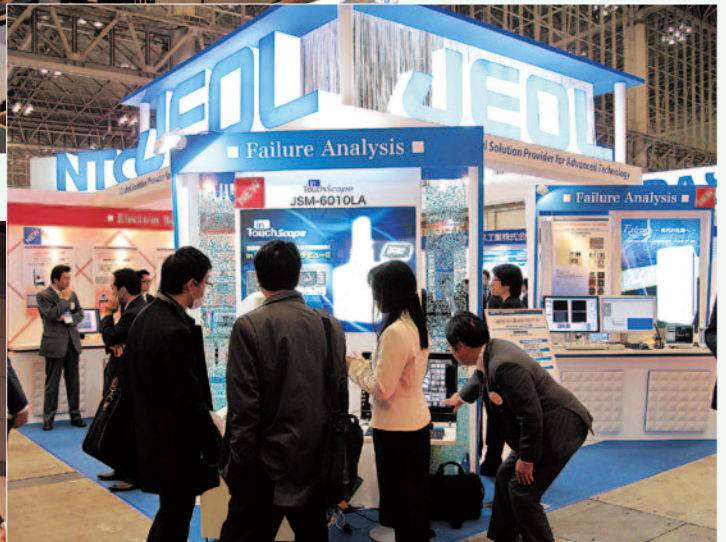
JEOL

日本電子株式会社



- トピックス
- JEOL DATUM INFORMATION
- 新製品紹介
InTouchScope
JSM-6010LA/JSM-6010LV
- 日本電子の「設置室環境技術」
- 技術情報
JMS-T100GCVIによる農業分析
- 技術情報
蛍光X線分析と質量分析—その3
- 講習会スケジュール

『セミコンジャパン 2010』 出展のご報告



半導体製造装置・材料に関する世界最大の国際展示会『セミコンジャパン2010』が2010年12月1日(水)～3日(金)幕張メッセで開催されました。

本年度は来場者総数約6万7000人、出展社総数904社、2,348小間の規模となりました。来場者総数は微増しましたが出展社総数は微減し、まだ先行きに不透明感のある景気を反映した結果となりました。

弊社ブースでは、先の分析展でも好評であったタッチパネル操作(Easy operation)の『InTouchScope』JSM-6010LAの実機展示をはじめ、最先端デバイス開発から故障解析まで幅広く活用される高分解能且つ、ハイスループットでTEM/STEMなどの観察・分析を可能とした透過電子顕微鏡、JEM-2800のリモートコントロールシステムが好評を博しました。

また、その他の新商品としては、業界最高クラスの大電流加工を可能とした、集束イオンビーム加工観察装置『JIB-4000』のほか、電子ビーム描画装置であるJBX-3050MVのパネル展示を行いました。弊社ブースにご来場いただきましたお客様に心より御礼申し上げます。

出展社セミナーでは、『最新電子顕微鏡による、半導体解析のアプリケーション』をテーマとして、トレンドである歪解析のソフト紹介とともにブースにてご提案しているハイスループット透過電子顕微鏡JEM-2800について、解析事例などを交えて紹介しました。

次回のセミコンジャパンは2011年12月7日(水)～9日(金)に幕張メッセで開催される予定です。業界の動向をしっかりと見据え、弊社が提供できるソリューションを改めて考えていく所存です。

キャンペーンのお知らせ

NMR測定用溶媒・NMR試料管特別価格キャンペーン

NMR装置をご使用のお客様対象にISOTEC製NMR測定用溶媒および各社NMR試料管を特別価格にてご提供いたします。

期 間：2010年12月20日(月)～2011年2月28日(月)

対象商品：ISOTEC社製NMR測定用溶媒 **全品28%OFF**

Wilmad社製NMR試料管 **全品20%OFF**

Norell製/シゲミ社製NMR試料管 **全品18%OFF**

キャピラリーカラムZebronシリーズ特別価格キャンペーン

MS装置をご使用のお客様を対象にphenomenex社製キャピラリーカラムを特別価格にてご提供いたします。

期 間：2010年12月20日(月)～2011年2月28日(月)

対象商品：キャピラリーカラムZebronシリーズ **全品20%OFF**

シリコンカンチレバ特別価格キャンペーン

プローブ顕微鏡をご使用のお客様を対象に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を特別価格にてご提供いたします。

期 間：2010年12月24日(金)～2011年2月28日(月)

対象商品：シリコンカンチレバ **全品18%OFF**

DiATOME社製ダイヤモンドナイフ特別価格キャンペーン

日本電子製品およびマイクロームをご使用のお客様を対象にDiATOME社製ダイヤモンドナイフを特別価格にてご提供いたします。

期 間：2010年12月24日(金)～2011年2月28日(月)

対象商品：DiATOME社製ダイヤモンドナイフ **全品28%OFF**

住友電気工業株式会社製スミナイフ特別価格キャンペーン

日本電子製品およびマイクロームをご使用のお客様を対象に住友電工製スミナイフを特別価格にてご提供いたします。

期 間：2010年12月24日(金)～2011年2月28日(月)

対象商品：住友電工製スミナイフ **全品18%OFF**

ラテックス手袋特別価格キャンペーン

日本電子製品をご使用のお客様を対象にラテックス手袋を特別価格にてご提供いたします。サイズはS・M・Lサイズがあり、長さは9インチ、12インチの2種類を取り揃えております。

期 間：2010年12月24日(金)～2011年2月28日(月)まで

対象商品：ラテックス手袋 **全品20%OFF**

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

第8回千葉大学分析センター講習会

「NMR基礎の基礎講座(その2)」

～きっかけをつかんだあなたのステップアップに～

と き：2011年2月24日(木)～25日(金)の2日間

ところ：キャンパス・イノベーションセンター

(JR山手線・京浜東北線 田町駅前)

講 師：関 宏子先生(千葉大学分析センター)

田代 充先生(明星大学理工学部)

加藤 敏代(日本電子株式会社)

定 員 35名(但し、10名に達しない場合は延期となりますのでご了承ください)
参加費 (事前登録制のみ) 一般 30,000円・学生 15,000円

第13回実践マスペクトロメトリーセミナー

～MSの基礎から最新技術まで～

と き：2011年2月16日(水)～17日(木)の2日間

ところ：(社)日本化学会 化学会館

(JR中央線 お茶の水駅下車 徒歩3分)

講 師：高山 光男先生(横浜市立大学)

定 員 50名
参加費 49,350

●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

ソリューションセールス本部

TEL.042-526-5095 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しています。

*日程・会場などが変更される場合もございます。ご了承ください。

「2010分析機器(NMR/MS)ユーザズミーティング」開催

JEOL分析機器ユーザズミーティングを昨年の11月～12月はじめにかけて開催いたしました。東京での開催はMSユーザズミーティングが32回目、NMRユーザズミーティングが36回目の開催となりました。今回も900名を越える大勢の方々にご参加いただき、本当にありがとうございました。講演では、各界でご活躍の方々より貴重な講演をいただきました。また、弊社技術員からも最新の応用技術や基礎的な解析法などを講演させていただきました。また、参加者間の意見交換や弊社技術員や営業、サービス関係者との情報交換の場としてもご活用いただきました。さらに、講演会場に併設してポスターと装置展示コーナーも設け、最新機器の紹介や情報を提供する場としても大いにご利用いただきました。このミーティングが各種分析機器を使った最新技術をはじめ多くの情報が得られる機会として、参加された方々にはますます有意義な会となったことと思います。今後、さらに回を重ねて開催することお客様への情報提供の場として充実したミーティングに行きたいと念じております。またの参加をお待ちしております。



日本電子から新しいSEMのスタイル

思わず使いたくなる最新の操作画面

短時間に習得できるタッチパネル操作、わかりやすく迅速に操作ができます

どこにでも設置できる簡便さ

AC100Vコンセントのみ、冷却水不要、パソコンをワイヤレス接続できます

研究用の高性能

必要な機能はすべて標準組込です

保守は簡単

EDS用液体窒素不要、電子銃フィラメントは、プリセンタで調整不要です

思わず使いたくなる最新の操作画面

InTouchScope JSM-6010LA/JSM-6010LVは、使いやすく効率のよいSEMです。今まで使ったことがないというユーザーを含め、多くのユーザーに使っていただくために開発されました。あなたに合った操作スタイルを選んでください。直感的に使えるタッチパネルによる最新操作環境を提供します。

■ワイヤレススタイル

ワイヤレス*で作用パソコンを接続することができます。SEM本体から離れた会議室から、打ち合わせをしながらSEMの操作をすることが出来ます。

*オプションのワイヤレスシステムが必要です。



■操作の入り口を用意しました

希望の操作内容を、タッチして操作を開始します。日本電子の応用研究室の長年の経験をもとに、種々の試料にあった操作環境を瞬時に設定することができます。



開始画面

■エキスパートスタイル

マウスによる使い方もできます。従来の操作法に慣れている方にお勧めです。

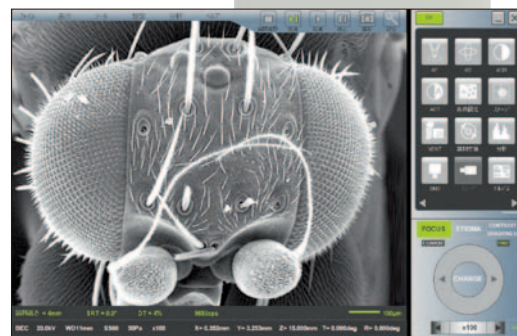
■操作つまみ*

頻繁に使う、倍率、フォーカス、明るさ、コントラスト調整用のつまみをオプションで用意しました。ジョイスティックで視野の移動ができます。

*オプション



*写真のモニターはオプションです。



タッチパネル操作画面

■スタンディングスタイル

工場での検査など、立ったままで短時間に観察を終えたい場合には、オプションのモニタースタンドをお勧めします。

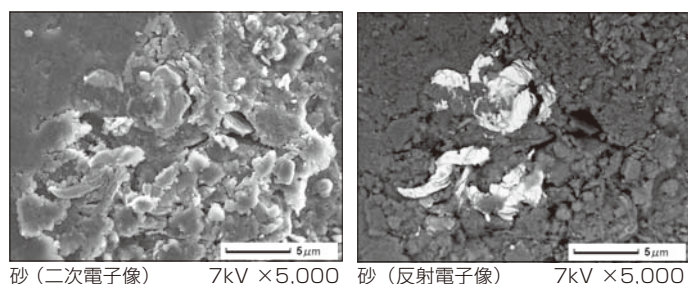


Multi-touch-panel SEM

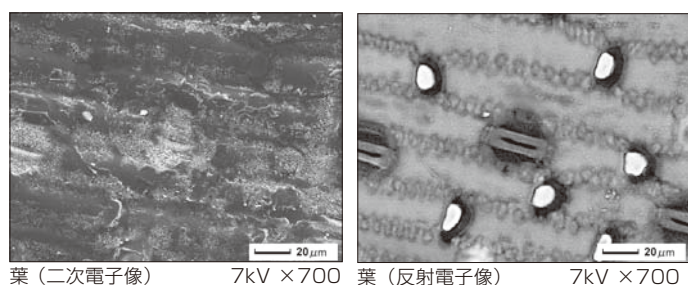
pe JSM-6010LA/JSM-6010LV

研究用の高性能

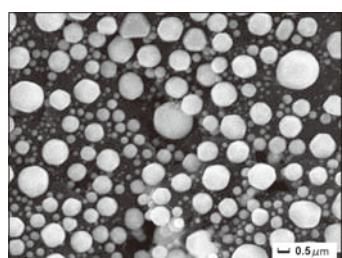
設置が容易なコンパクトmobile SEMですが、研究用としての高性能を備えています。表面構造の観察は、二次電子像、試料に含まれる密度の異なった物質の分布状態は、反射電子組成像で観察し、試料に含まれる元素はEDSで分析します。必要な機能が内蔵されたAll-in-one Mobile SEMです。



砂 (二次電子像) 7kV × 5,000 砂 (反射電子像) 7kV × 5,000

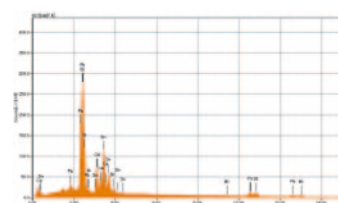


葉 (二次電子像) 7kV × 700 葉 (反射電子像) 7kV × 700



蒸着金粒子 (二次電子像) 20kV × 50,000

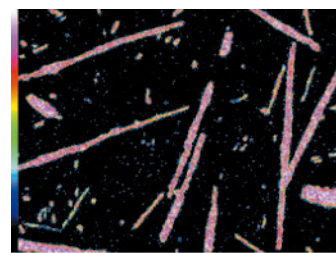
EDS (エネルギー分散型元素分析装置) を使って、試料に含まれる元素を定性分析で同定し、含有濃度を定量分析で知ることができます。



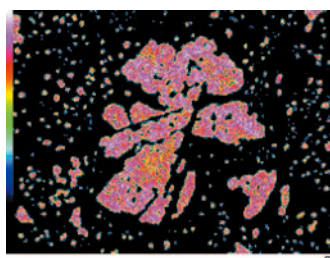
ウッドメタル 20kV × 1,000



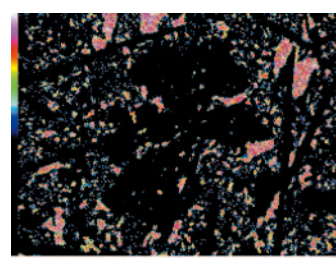
反射電子組成像



カドミウム



錫



ビスマス

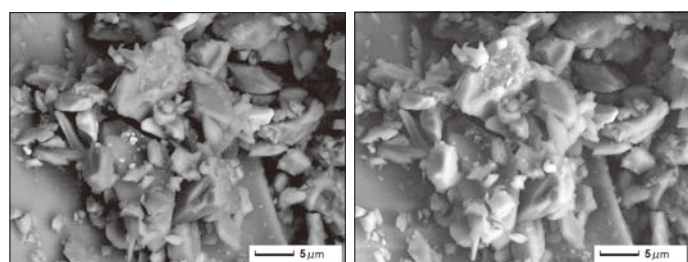
非導電性試料を、そのまま観察

■高真空モード

レンズが高性能なので、高真空モードで、低い加速電圧を使うことで、非導電性試料を、そのまま観察することができます。

■低真空モード

低真空モードでも非導電性試料を、そのまま観察することができます。

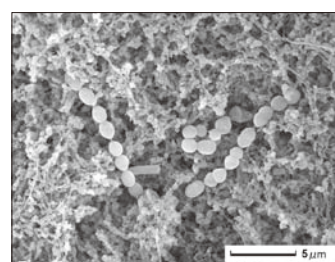


火山灰 (低真空反射電子像) 15kV × 3,000 火山灰 (低真空二次電子像) 15kV × 3,000

低真空内簡易凍結乾燥法

水分を含んだ生物試料は、凍結した試料を試料室内で凍結乾燥する簡易凍結乾燥法で観察することができます。

下のヨーグルトは、この方法で乾燥した試料に金コーティングして、高真空モードで観察しています。



ヨーグルト 15kV × 5,000

主な仕様

分解能 (高真空)	4nm (20kV)、 8nm (3kV)、 15nm (1kV)
分解能 (低真空)	5nm (20kV)
倍率	×5~×300,000
加速電圧	0.5kV~20kV
設置	
電源	単相AC100V、15A

高性能が進む「電子顕微鏡」や「核磁気共鳴装置」をはじめとする最先端理学機器。その理学機器の高性能化にともない床振動、磁場、騒音等の外乱ノイズの影響がクローズアップされ、環境対策の重要性が注目されています。

最新鋭の測定機器、豊富な経験とノウハウを駆使し、お客様の装置に最適な環境のトータルソリューションをご提案いたしております。

- 設置室環境調査…環境測定／対策シミュレーション
- 対策工事……………コンサルタント／設置室工事
- 温度対策……………輻射冷却パネル／空調システム
- 騒音対策……………遮音／吸音
- 磁場対策……………磁場キャンセラーシステム／磁気シールドルーム
- 振動対策……………アクティブ除振器／ピット型除振器



設置室環境調査 ■■■■

装置性能に影響を及ぼす床振動・騒音・磁場などの外乱ノイズに対し、効果的な対策を実施するには高精度な測定と解析結果に基づいた判定および対策シミュレーションが重要不可欠です。

設置室の外乱ノイズを最新鋭の測定機器で事前に調査、豊富な経験とノウハウを駆使して、装置の性能を最大限に引き出す最適な設置室環境をご提案します。

主な環境調査項目

- ①床振動 ②磁場 ③騒音 ④気圧 ⑤室温・気流 ⑥その他測定

温度対策 ■■■■

安定した温度、気流制御:温度対策

当社で独自に開発した輻射冷却パネル空調システムは、本来「無騒音」、「無振動」、「微気流」コントロールが不可能とされていた一般空調システムに対して、輻射冷却パネルと高精度冷却水循環装置の組合せにより、全てクリアになり0.05℃/min以下の室温変動と、0.2℃/h以下の温度ドリフト、0.1m/sec以下の自然対流を実現。ナノレベルでの精細さが必要な高分解能/高性能電子顕微鏡の性能を100%引き出します。安定した温度制御は、電子顕微鏡以外でもご提供しております。

環境調査プロセス



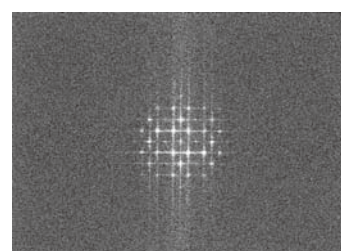
- 【測定依頼】 設置室環境調査依頼(装置納入・移転前)
- 【環境調査】 装置および周辺機器(試料前処理室等)レイアウトの確認
設置室予定地周辺の設置機器の調査
床振動/磁場/騒音/気圧測定
- 【データ解析】 データ解析システムで解析
- 【性能判定】 専門技術者による性能評価
- 【報告書】 お客様提出用報告書の作成と提出
- 【アドバイス】 設置環境対策についてアドバイザーによるご説明とご提案



電子顕微鏡JEM-ARM200F設置室仕様の実測データ



STEM像(Si結晶)



FFT回折(Si結晶)

写真ご提供:財団法人ファインセラミックスセンター(JFCC)様

『最適な環境』のご提供を目指して。

電子の「設置室環境技術」

対策工事 ■■■■

長年にわたり培われた設置室環境技術をご提案し、最適な環境をお約束します。

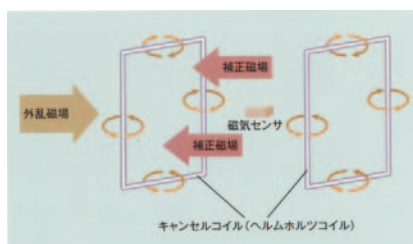
- ・温度・気流対策(輻射冷却パネル空調システム・特殊空調設備工事)
- ・床振動対策(アクティブ除振装置・ピット型パッシブ/アクティブ除振装置)
- ・磁場変動対策(アクティブ磁場キャンセラーシステム・パッシブ磁気シールド工事・電源設備EMI対策工事)
- ・騒音対策(遮音吸音材による騒音対策・装置用防音ボックス)

- ・建築内装(一般建築工事全般・内装仕上工事・鉄骨工事・防水工事・各種床工事)
- ・電気設備(電気設備工事全般・各種計装工事全般)
- ・クレーン/リフター(電子顕微鏡用クレーン・製品専用リフター)
- ・特殊設備(クリーンルーム・ケミカルハザードルーム・試料前処理ルーム・恒温恒湿ルーム・各種生産設備付帯工事)

影響する外乱磁場ノイズの解消:磁場対策 ■■■■

設置室周辺の磁場変動が仕様値を超えた場合、画像やスペクトラムにノイズや歪みが生じ、装置の性能を低下させてしまいます。

日本電子では、設置や性能調整が容易なアクティブ磁場キャンセラーシステムの自社開発を行い、パッシブ磁気シールドルーム工事と両方の特性効果を最大限に発揮させたパッシブ/アクティブ磁気シールドルームを提案しています。



アクティブ磁場キャンセラーシステム

外乱磁場変動を磁気センサで検出し、コントローラーで最適な補正磁場を計算後、それをキャンセラーコイルに出力させ、磁場センサ付近の磁場変動を大幅に減少させます。

設置室と装置本体の大きさに合わせて、最適なキャンセルコイル設計が可能です。XYZ軸方向からの外乱磁場変動を効果的にキャンセルします。

パッシブ磁場シールド方式

磁気シールド材(パーマロイ材等)を用いて、設置室内に磁気シールドボックスを製作し、外乱磁場のバイパス路を設置します。

設置室中心部を透過する外乱磁場を大幅に減少させ、電子顕微鏡に対する影響を低減させる方法。



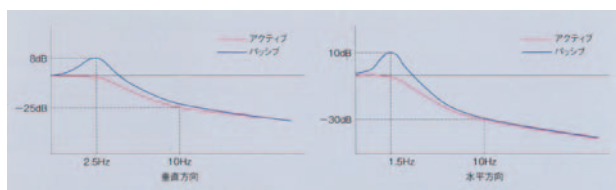
施工例:パッシブ/アクティブ磁気シールドルーム
写真ご提供:財団法人ファインセラミックスセンター(JFCC)様

観察に大きな威力を発揮:振動対策 ■■■■

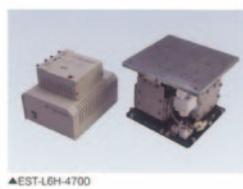
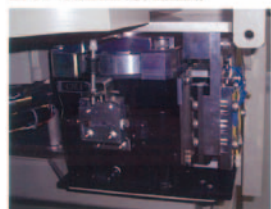
アクティブ除振装置

本システムは、電子顕微鏡へ床から伝わる振動をアクティブに制御する除振システムです。標準装備の除振装置(パッシブ除振装置)では、共振周波数帯において振動増幅域をもち、床振動の周波数によっては、振動が大きく増幅されるため、像観察に支障をきたす場合があります。この共振増幅を効果的に抑えるアクティブ除振装置を取り付ける事で、観察に大きな威力を発揮します。

床振動伝達曲線(シミュレーション)



■アクティブ除振装置(電子顕微鏡用)



最適な設置室環境はどうしたら作れるのか ■■■■

設置室環境調査による高精度データ測定と解析、それに基づいた判定および対策シミュレーションからはじまり、最適な設置室の提案が装置性能に大きく関係しています。特に、装置性能に影響を及ぼす振動・騒音・磁場などの外乱ノイズに対しての効果的な対策を実施することは装置を十分に使いこなす大きな要素の一つです。日本電子の設置室環境技術では、高性能な理科学機器にあった最適な設置室を豊富な経験と技術ノウハウを駆使して、お客様にご提案申し上げております。

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設置環境室
〒196-0022 東京都昭島市中神町1156番地
TEL.042-542-1193 FAX.042-542-4069

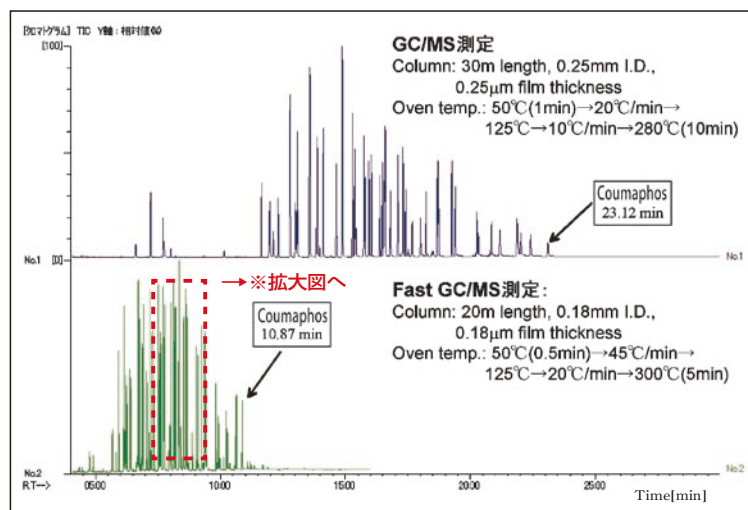
食品中の残留農薬分析では、小型で取扱いが容易な四重極(QMS)タイプの質量分析計が一般的によく用いられています。このタイプの質量分析計はユニットマスでの質量分離のため、夾雑成分の多い食品分析中農薬分析において目的成分が夾雑成分の影響を受け、正確な定量が困難になる場合があります。それに対し、精密質量測定が可能な高分解飛行時間型質量分析計(HR-TOFMS)を用いることにより、夾雑成分の影響を受けない選択性の高いマスクロマトグラフの作成が可能になり、正確な定量が可能となります。

GC-TOFMS JMS-T100GCV 特徴

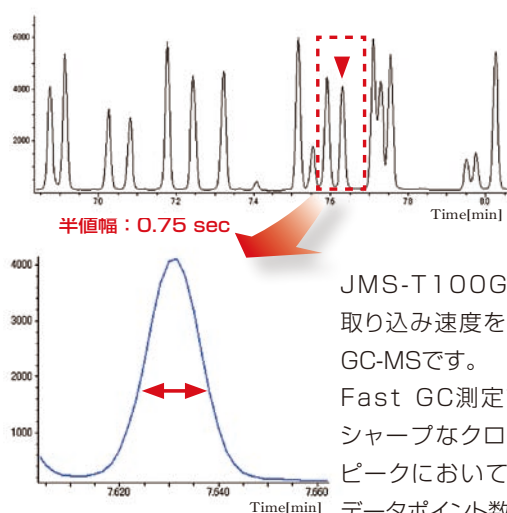
- 国産唯一のGC-TOFMS
- クラス最高のスペクトル感度(S/N \geq 100 @ OFN 1pg)
- 常に高分解能(R \geq 6000)で測定
- 簡便な精密質量測定(\leq 2mDa(r.m.s.))
- Fast GC 測定にも対応(高速データ取得、最高25 スペクトル/秒)



Fast GC 測定によるハイスループット分析



Fast GC TIC の拡大図(6.8~8.0min)



JMS-T100GCVは速い取り込み速度を特徴とするGC-MSです。Fast GC測定で得られるシャープなクロマトグラムピークにおいても、十分なデータポイント数が確保できます。

Fast GC測定とは、ナローボアカラムを用い、さらにGCオープン温度を高速に昇温することで、従来のGC測定と同等の高分離を得ながらも、分析時間を短縮する手法です。

上図の下段に示すFast GC条件で測定することにより、今までのカラム分離を維持しながら分析時間の短縮に成功しました。Fast GC測定を採用することで、ラボにおける生産性の向上が期待出来ます。

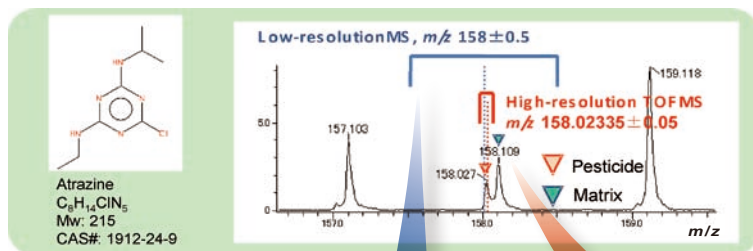
に威力を発揮する! GC-TOFMS

農薬分析・・・ Analysis by GC-TOFMS

高分解能マススペクトルによる高い選択性

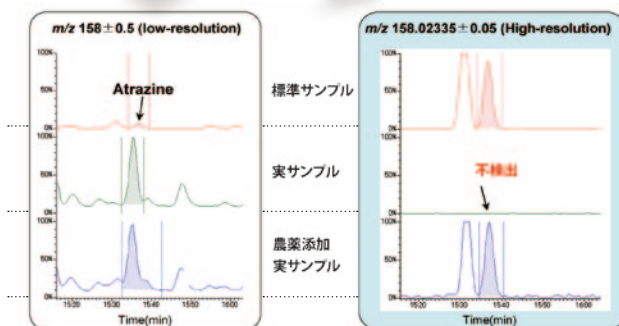
生姜試料中のAtrazine(添加)解析例

マススペクトル (拡大)



JMS-T100GCVでは、常に高分解能マススペクトルを取得しているため、農薬成分と夾雑成分のイオンピークを分離して検出可能です。そのため、夾雑成分の影響を排除したマスククロマトグラムの作成が可能です。

$m/z 158 \pm 0.5$ のマスククロマトグラムでは、生姜試料中においても夾雑成分の影響により、クロマトグラムピークが検出されています。



$m/z 158.02335 \pm 0.05$ のマスククロマトグラムでは、夾雑成分の影響を完全に排除できており、生姜試料中に農薬(Atrazine)が検出されていないことが明らかになりました。

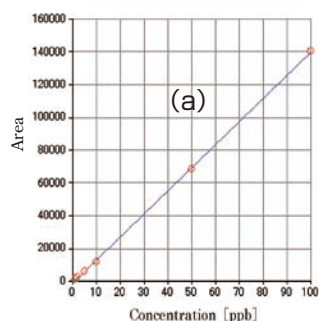
卓越した高感度測定・直線性／高い質量精度と確かな再現性

標準試料1、2、5、10、50、100 ppb(アセトン/ヘキサン=1/1)を1μL注入して、Fast GC測定を実施しました。検量線は良好な直線性をもって得られており、また1 ppbと極微量であっても、感度良く農薬成分を検出出来ました。Fast GC法とJMS-T100GCVを組み合わせることで、ハイスルーブットな定量及び定性分析が可能になります!

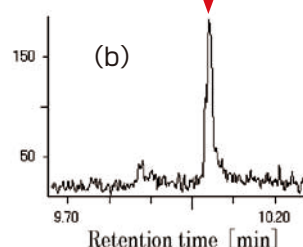
また、カボチャ試料中農薬成分の質量精度とマスククロマトグラムピーク再現性検証を行ったところ、全ての農薬でC.V.8%以下の良好な再現性(n=5)が得られました。

カボチャ試料中農薬成分の質量精度とマスククロマトグラムピーク再現性

Etofenprox測定例



(a) 絶対検量線
 1、2、5、10、50、100 ppb



(b) 1 ppb
 マスククロマトグラム
 $m/z 163.1123 \pm 0.025$

No.	Pesticides	Qualitative ion (m/z)	Average mass error (mDa) (n=5)	Mass chromatogram peak area C.V. (%) (n=5)	No.	Pesticides	Qualitative ion (m/z)	Average mass error (mDa) (n=5)	Mass chromatogram peak area C.V. (%) (n=5)
1	Methamidophos	94.0058	1.3	3.2	30	Chlorfenvinphos-E	266.9381	0.9	1.9
2	Dichlorvos	109.0055	0.9	2.2	31	Fosthiazate-Z	195.0119	1.0	3.3
3	Acephate	136.0164	1.1	3.5	32	Isofenphos	213.0317	0.9	4.9
4	Omethoate	156.0010	0.8	3.1	33	Chlorfenvinphos-Z	266.9381	1.3	1.0
5	Ethoprophos	157.9625	1.1	6.1	34	Phenthoate	273.9887	1.1	1.0
6	Cadusafos	158.9703	0.3	2.1	35	Quinalphos	146.0480	1.6	2.3
7	Monocrotophos	127.0160	1.2	3.4	36	Bromophos (Bromophos-methyl)	358.9070	0.9	3.4
8	Salithion	216.0010	0.6	4.7	37	Propaphos	219.9959	1.3	0.8
9	Phorate	75.0269	1.4	3.2	38	Methidathion	145.0072	1.3	3.1
10	Thiometon	88.0347	1.3	4.5	39	Vamidathion	145.0561	1.3	5.1
11	Dimethoate	87.0158	1.0	3.8	40	Butamifos	286.1031	2.3	5.9
12	Terbufos	230.9737	1.1	6.5	41	Phenamiphos	303.1058	1.1	1.3
13	Diazinon	137.0715	0.4	4.4	42	Prothiofos	266.9470	1.8	4.8
14	Cyanophos	243.0119	0.5	3.1	43	Profenofos	207.9112	0.5	2.0
15	Ethylthiometon	88.0347	0.8	5.5	44	Isoxathion	105.0340	0.7	7.7
16	Etrifos	292.0647	0.8	2.6	45	Fensulfothion	292.0351	1.1	2.6
17	iproberfos	91.0566	0.6	3.6	46	Ethion	230.9737	1.5	4.6
18	Formothion	124.9826	0.9	4.5	47	Sulprofos	322.0265	1.7	4.4
19	Dichlofention	279.0012	1.4	3.4	48	Cyanofenphos	156.9877	0.4	4.0
20	Chlorpyrifos-methyl	285.9261	0.8	2.2	49	Edifenphos	109.0123	0.5	2.1
21	Tolclophos-methyl	264.9855	0.8	3.7	50	Pyridaphenthiion	340.0647	1.1	5.7
22	Pirimiphos-methyl	290.0728	1.1	5.3	51	EPN	156.9877	0.4	2.2
23	Fenitrothion	124.9826	1.4	4.3	52	Phosmet	160.0434	0.7	3.2
24	Dimethylvinphos-E	294.9694	1.1	1.8	53	Phosalone	182.0009	0.8	4.1
25	Malathion	124.9826	1.0	4.2	54	Azinphos-methyl	132.0449	1.0	2.9
26	Chlorpyrifos	196.9202	0.9	1.3	55	Azinphos-ethyl	132.0449	1.2	7.2
27	Dimethylvinphos-Z	294.9694	0.9	0.6	56	Pyraclafos	360.0464	2.8	4.5
28	Fenithion	278.0200	0.9	2.1	57	Coumaphos	362.0145	2.3	5.4
29	Fosthiazate-1	195.0119	1.4	6.3					

アナリティカルニュースの前号 81 (2009)、83 (2010)で、元素分析の観点から蛍光X線分析と質量分析を併用することにより、顔料や金属錯体の構造解析の利便性を述べた。ここでは、高分子素材中の添加物を評価するため、試料として身近なプラスチック製品から書類をはさむクリアファイル(材質:ポリプロピレン、透明)を選択し、蛍光X線分析とDART及びGC/MSによる質量分析を行い、その結果を紹介する。

蛍光X線分析

本法は数十keVのエネルギーを有するX線を試料に当て、そこから発生する元素に特有な蛍光X線を検出して分析する手法である。使用した装置(JSX-3100RII)はエネルギー分散型の検出器を有しており、Na以上の重元素が検出できる。RoHS分析やメッキ厚測定などの分析に重宝している。元素分析の観点から質量分析と併用すると互いに補足する有用な情報が得られる分析手法として期待できる。非破壊分析であり、分析の第一選択肢として活用している。

まずクリアファイルを切り取り、その断片の蛍光X線分析を行った。その結果を図-1示す。PとZnを示すスペクトルが得られた。RoHS分析で対象となるピークは検出されなかった。微量であるがPとZnがどのような形で存在するのか興味のあるところであり、質量分析で評価した。

〔蛍光X線条件〕

装置:JSX-3100RII(日本電子) 球電圧:30keV
照射時間:5min コリメータ:1mm

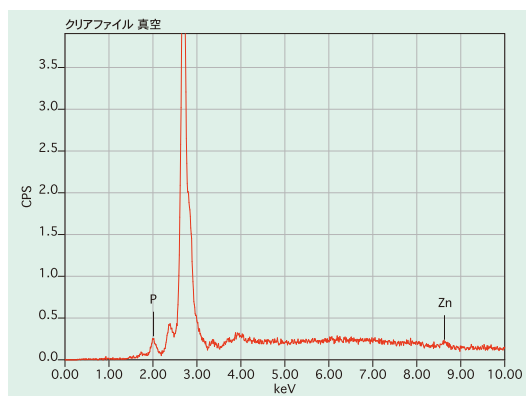


図-1 クリアファイル断片の蛍光X線スペクトル

クリアファイル断片のDART測定

DART(Direct Analysis in Real Time)は、大気圧の条件下で加熱・励起したHeを対象となる試料表面に吹き付けイオン化する手法である。試料は1秒以下の時間で瞬時にガス化するので、高速にサンプリングできる飛行時間型質量分析計が使用されている。このDARTイオン源をT100LCの質量分析計に取り付けた専用装置がJMS-T100TDの製品名で市販されている。DARTの特長は前処理無しに、瞬時(リアルタイム)にデータが獲得でき、そのスペクトルは試料の分子量を反映しており、また精密質量から元素分析を行うことができる。

応用として植物表皮や材料表面の付着物分析、最近ではTLCプレートと組み合わせ、分画成分の直接分析(TLC-MS)に利用されている。今まで分析した試料は薬品とその代謝物、合成物質、色素、臭気成分、爆薬など多岐にわたる。

クリアファイル中に含有されている添加物を評価するために、切り取った断片に350℃に加熱・励起したHeを吹き付け、マススペクトルを得た。図-2に示すように多くのピークが観測された。そのスペクトルは(M+H)として分子量を反映したピークと考えて解析を進めた。それらのスペクトルを帰属すると質量257はパルミチン酸、279はジブチルフタル酸エステル、391はジ(2-エチルヘキシル)フタル酸エステル、411はスクアレンと考えた。これらの成分は添加剤として使用されている物質で妥当な結果であった。しかし、647、667は不明のピークで、さらなる解析のためにGC/MS分析を行った。

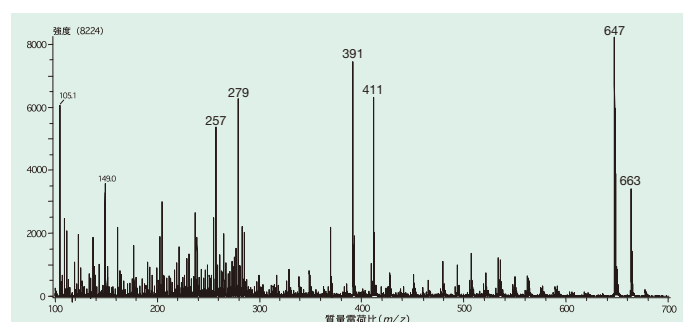


図-2 クリアファイル断片のDARTスペクトル

GC/MS分析

高分子材料の分析には熱分解装置がよく使用されるが、ここでは高周波加熱装置“QUICKER1010”を用い、熱溶出したものをGC/MSにて分析した。“QUICKER1010”は、弊社から販売している高周波加熱装置である。試料と溶媒を添加して、ガラス封管した試料管に特定(設定)温度のメタルプレート(パイロヒール)を巻き、これに高周波を掛け、特定温度で過熱すると還流が起こり効率よく試料中の成分が溶出される。

オフラインで溶媒抽出を行うことができるので、GC/MSやLC/MSなど様々な分析の試料の前処理に便利である。

この分析では、試料管にクリアファイルの断片を採り、メタノール100μlを加え封管して160℃のパイロヒールを使用し、60分間高周波過熱を行った。メタノール中に溶出した成分をGC/MSにて測定した。

〔測定条件〕

MS条件…装置:JMS-700 イオン化:EI(+) 加速電圧:8kV
イオン化電圧:70V イオン化電流:100μA
イオン化室温度:250℃ GC接続管温度:280℃

GC条件…カラム:VF-5ms 0.32φ×30m,df:0.1μm
注入口温度:270℃ He流量:1.5ml/min
昇温:50℃(1min)-10℃/min-270℃

分析と質量分析—その3

分子材料中の添加剤の分析

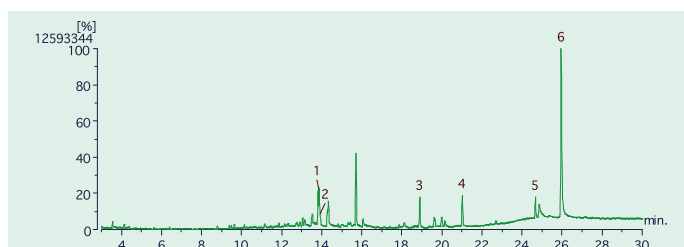


図-3 クリアファイルの溶出した成分のTICクロマトグラム

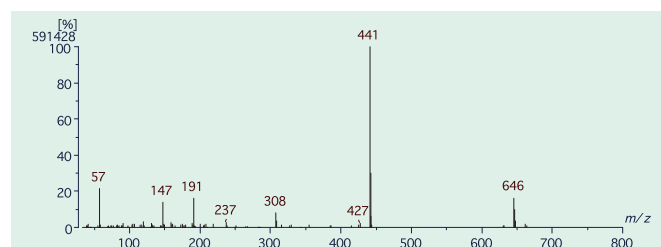
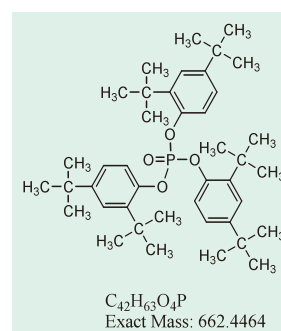


図-5 GC/MS分析結果:ピーク5のEISスペクトル

結果(TIC)を図-3に示す。多くの成分が出現し、ピーク1、2、3、4の成分のスペクトルについてNISTライブラリー検索を行い、解析したところDART分析を示唆する結果であった。

- ピーク1:分子量270 パルミチン酸メチルエステル
- ピーク2:分子量278 ジブチルフタル酸エステル
- ピーク3:分子量390 ジ(2-エチルヘキシル)フタル酸エステル
- ピーク4:分子量410 スクアレン
- ピーク5:分子量646 ?
- ピーク6:分子量662 ?



DARTで得られた257のアルミチン酸の成分については、GC/MSでピーク1にアルミチン酸メチルとして検出されている(図-4)。蛍光X線の結果からZnが検出されているので、脂肪酸亜鉛として存在している可能性がある。おそらく熱抽出の過程でメチル化され、アルミチン酸メチルエステルとして出現していると推測できる。

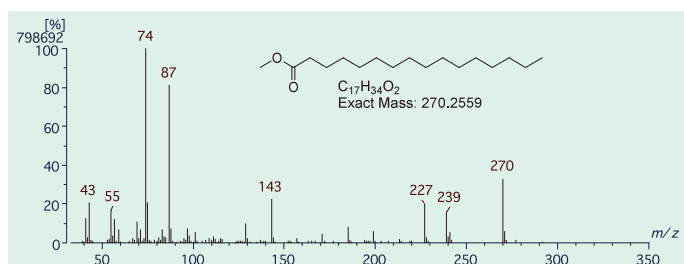


図-4 GC/MS分析結果:ピーク1のEISスペクトル

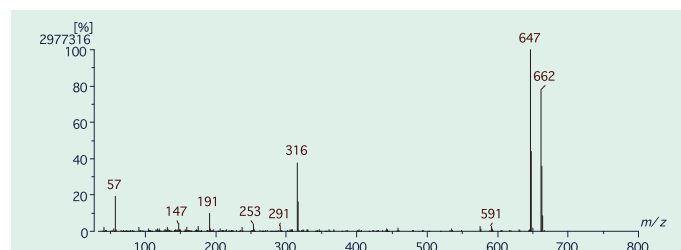


図-6 GC/MS分析結果:ピーク6のEISマススペクトル

まとめ

クリアファイル中に含まれる添加剤の分析に蛍光エックス線分析結果を手がかりに、DART測定とGC/MSを適用した。蛍光X線分析で検出されたPとZnは酸化型イルガホス168と脂肪酸亜鉛の形で存在することが示唆された。DARTとGC/MSは一致した結果を与え、添加物成分を評価することができた。蛍光エックス線分析と質量分析は互いに補足する情報を与え、元素分析の観点から非常に有用なツールであった。

図-5、6にピーク5、6のEISスペクトルを示す。ピーク5と6についてNISTライブラリーから検索したがヒットしなかった。蛍光X線分析の結果は「P」の存在を与えており、Pを含む添加剤を調べたところ、下記に示す構造の化合物が検索され酸化型イルガホス168と推定した。ピーク5は分子量646の成分が出現しており、推測どおり酸素1個が外れた構造であると推察した。

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	2月	3月	4月	5月	
TEM	基本	(1)TEM操作の基礎と原理	1日	TEMに携わる方の入門コース				
		(2)1011標準	2日	TEMの基礎知識と操作技術				
		(3)1400標準	2日	基本操作技術の習得		24~25		
		(4)2100F標準	2日	基本操作講習		17~18		
TEM	応用	(5)電子回析標準	2日	電子回析の基本操作			12~13	
		(1)分析電子顕微鏡	2日	分析電子顕微鏡の測定法				
		(2)生物試料固定包埋	1日	生物試料の固定包埋法と実習			20	
		(3)ウルトラミクロトーム	2日	ミクロトームの切削技法と実習			21~22	
SEM	基本	(4)IS試料作製	2日	ISによる各種薄膜試料作製				
		(1)6700F FE-SEM標準	3日	FE-SEMの基本操作	2~4		20~22	
		(2)7000F TFE-SEM標準	3日	TFE-SEMの基本操作		2~4	18~20	
		(3)6510/6610SEM標準	3日	JSM-6510/6610 SEM基本操作	8~10	8~10	5~7	10~12
		(4)LV-SEM標準	1日	LV-SEM基本操作		11		13
		(5)EDS分析標準	2日	JED-2300EDS基本操作	24~25	24~25	25~26	24~25
EPM	基本	(6)CP試料作製*	2日	CPIによる断面試料作製技法と実習	24~25	24~25	27~28	26~27
		(1)定性分析標準	4日	JXA-8000シリーズEPMA基本操作			12~15	24~27
		(2)定量分析標準	2日	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作	1~2		18~19	30~31
	(3)カラーマップ標準	2日	JXA-8000シリーズ広域マップ基本操作	3~4		20~21		

*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	2月	3月	4月	5月	
NMR	基本	(1)ECA/ECX/ECSシリーズ	3日	1D/2Dの ¹ H、 ¹³ Cの基本操作	8~10		12~14	
		(2)ECA/ECX/ECSシリーズ(Delta V5.0)	3日	1D/2Dの ¹ H、 ¹³ Cの基本操作		8~10		10~12
		(3)NMRビギナーズ	2日	NMR装置の基礎知識の整理				
		(1)NOESY(1D&2D)	1日	NOE測定知識の整理と確認				
	応用	(2)NOESY(1D&2D)(Delta V5.0)	1日	NOE測定知識の整理と確認				
		(3)NMR緩和時間測定	1日	緩和時間測定と注意点				19
		(4)NMR緩和時間測定(Delta V5.0)	1日	緩和時間測定と注意点				20
		(5)固体NMR(Delta)	2日	固体NMR測定基本操作	15~16			
		(6)固体NMR(Delta)(Delta V5.0)	2日	固体NMR測定基本操作	17~18			
		(7)DOSY(Delta)	1日	DOSY測定と注意点			21	
		(8)DOSY(Delta)(Delta V5.0)	1日	DOSY測定と注意点			22	
		(9)qNMR(Delta)	1日	qNMRの概要・測定操作	4			
MS	基本	(10)多核NMR測定	2日	多核測定のための知識と基本操作		17~18		
		(11)多核NMR測定(Delta V5.0)	2日	多核測定のための知識と基本操作		15~16		
		(12)No-D NMR	1日	No-D NMRの概要・測定操作		25		
		(1)T100LC/CS/LP基本	2日	T100LPシリーズの基礎解説と基本操作	9~10			
応用	(2)T100GC基本	2日	T100GCの基礎解説と基本操作		16~17			
	(3)Q1000GCMKII基本	2日	MSの基礎解説と定性・定量測定	16~17	9~10		18~19	
	(4)Q1000GC(K9)基本	2日	MSの基礎とK9の定性・定量測定			14~15		
	(5)MStation基礎	3日	MS700の基礎解説と低分解能測定				18~20	
	(6)GC/MSビギナーズ	1日	GC/MSの基礎知識	4				
	(1)T100GC(FD)	1日	T100GC FDの基礎解説と基本操作		18			
	(2)MS700/800定量	3日	MSの基礎的なSIM測定			20~22		
	(3)MS-700精密質量測定	1日	EI/FABの精密質量測定	18			27	
MS	応用	(4)Q1000GCMKII C/DI	1日	化学イオン化法および直接導入による測定				
		(5)Q1000GCMKII定量応用	1日	EsCrimeの応用操作	18	11	20	
		(6)EsCrime基礎	1日	EsCrimeの基本操作			21	
		(7)EsCrime応用	1日	EsCrimeの応用操作			22	
		(8)ヘッドスペースStrap	1日	H.S.法によるVOC分析		25		

- qNMR(Delta) コースを新設しました。定量的NMR測定の解説と実習を行います。
- 「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

技術企画本部 R&Dビジネスサポート部 講習受付まで

TEL 042 - 544 - 8565 FAX 042 - 544 - 8461



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

2011年1月発行 No. 086

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・お問合わせ

日本電子(株)営業ソリューション統括本部

営業ソリューション企画室

e-mail: sales@jeol.co.jp FAX: 042-528-3386

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

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

営業ソリューション統括本部

〒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)736-9680・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

高松(087)821-0053・福岡(092)411-2381

データムソリューション事業部

〒196-0022 東京都昭島市中神町1156

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

サービスサポートセンター:

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

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