

ANALYTICAL NEWS

JEOL

No.087

日本電子株式会社



- トピックス
- JEOL DATUM INFORMATION
JNM-ECPシリーズ システムアップグレード
- 新製品紹介
集束イオンビーム加工観察装置 JIB-4000
- 技術情報
ある健康食品中の特定成分の質量分析による
構造解析
- 日本電子が展開する「受託分析」
- アプリケーションノート
世界最高速80kHzの試料回転が
開拓する未来
- 講習会スケジュール

平成22年度に開催したセミナー



弊社は毎年ユーザーズミーティング、展示会、セミナー、講習会などのイベントを開催し、製品の案内や分析技術の啓蒙を行っており、この欄でもイベントの報告をトピックスとして掲載しています。平成22年度は下記のセミナーを開催し、有料にもかかわらずおよそ560名のご参加をいただき、大変好評でした。

【開催した基礎セミナー】

- 環境分野セミナー「絶縁油中の微量PCB分析」
- 固体NMRへの招待「固体NMRの基礎講座」
- EDS/EPMAセミナー「基礎の基礎講座」
- クロスセクションポリッシュ(CP) & イオンスライサー(IS)の上達術セミナー
- 電子顕微鏡試料作製マイクロームワークショップ
- 実践マススペクトロメリーセミナー
「MSの基礎から最新技術まで」

《共催で開催した基礎セミナー》

- 千葉大学分析センター講習会
「NMR基礎の基礎講座」

「固体NMRセミナー」は、大阪大学(蛋白質研究所)藤原敏道先生を講師にお招きした、固体NMRの基礎について学ぶセミナーです。固体NMR技術の発展は目覚ましいものがあり、以前に比べると測定も容易になってきました。これから固体NMR装置をお使いになる方や固体NMR全般について勉強されたい方を対象としたセミナーを開催しました。“溶液NMRと固体

NMRとの違いは何か”、“最もよく使われている測定法はどんな原理に基づいているのか”や様々なパルステクニックを使った固体NMRの測定法について学びました。

「EDS/EPMAセミナー ～基礎の基礎講座～」では弊社技術員が解説し、“EDSとWDSの違い” “EDS/WDSの基礎的な理解を深めたい”という方を対象にセミナーを開きました。約300名ほどの参加者があり、大変好評でした。

横浜市立大学 高山光男先生を講師に招いての「実践マススペクトロメリーセミナー」では質量分析の新しいイオン化技術や新しい装置技術が出現し、その応用がますます拡大しています。しかし、多くの情報やデータを容易に得られるようになってきた反面、得られた結果の信頼性についての疑問などを解き明かしました。装置原理の基本、スペクトルの読み方からはじまり、FAB、ESIなどのイオン化法の基礎知識、最新の装置について演習問題を入れて学びました。

弊社のセミナーには東日本大震災の被災地域にある会社や研究機関から多くのご参加をいただいております。被災された方々には深くお見舞い申し上げます。弊社は我国・世界の基幹産業を支える研究・開発を支援する分析装置を製造し販売しております。今後もこのようなイベントを引き続き実施し、分析技術の案内や啓蒙を行ってまいります。ますますのご愛顧をお願い申し上げます。

JNM-ECPシリーズ システムアップグレード

分光計はそのままに、最新のデータシステムとアキュイジションシステムで快適なオペレーション環境を提供します。「Windows 7」を搭載した最新HPワークステーションの快適な操作環境でECAシリーズで好評頂いているNMRソフトウェアDelta Ver.4.3.6をご利用いただけます。



sgi O2 Workstation

HP Z400 Workstation

Windows7 で快適動作

ホストコンピュータにWindows7を搭載した最新HPワークステーションと22インチワイド液晶モニターを採用。NMRソフトウェアはECAシリーズで好評いただいているDelta Ver.4.3.6を使用し、分光計制御用コンピュータには国内メーカー生産のシングルボードコンピュータを採用しました。



対象機種

JNM-ECP300/400/500/600

基本仕様

ハードウェアコントロール

オートNMRロック/オートシム/オートレシーバーコントロール/ソート発生/NMRロックモニタのコントロール/プログラマブルパルサのコントロール/観測周波数オフセット/観測パワーコントロール/照射周波数オフセット/照射パワーコントロール/スピナーコントロール/温度コントロール/液体He/N₂の残量表示/リアルタイム積算表示/積算時リアルタイムDigital Filter/積算

1次元処理

ゼロフィリング/ドリフト補正/ウィンド関数(指数、台形、サインベル、ガウス関数等)設定/FFT(高速フーリエ変換/位相補正(オートおよびマニュアル)/ベースライン補正(オートおよびマニュアル)/スムージング/積分(全体および部分スペクトル、積分値の規格化と表示、オートおよびマニュアル)/パワースペクトル/データの加減算(タイムドメインおよび周波数ドメイン)/リファレンス設定(オートおよびマニュアル)/Digital Filter/Notched Filter/Linear Prediction/Hilbert 変換/ディスプレイ/スペクトル表示/スケール表示(ppm, Hz, kHz 単位、オートスケール)/ピークテーブル表示(ケミカルシフト、高さ等)/スペクトル編集(全体および部分スペクトル、積分等上での編集)/プロットング(A3,A4およびマニュアルサイズ)/データの書き込みと読み出し/実験条件とファイル管理/シム値のファイル管理(シムファイル)/T1, T2(自動測定/緩和曲線のディスプレイ、プロットング/計算)

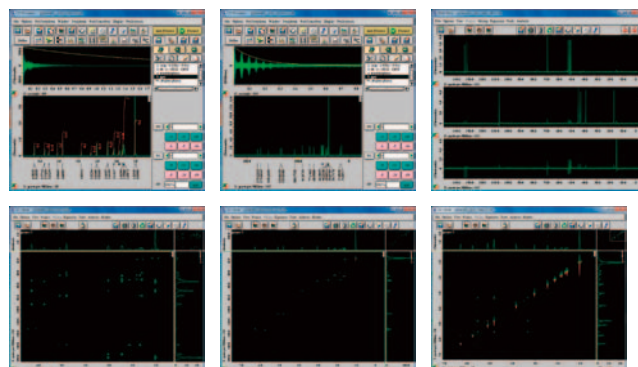
多次元NMRの測定および処理

Phase Sensitive NMR/対称処理/チルト/投影/クロスセクション/イメージディスプレイ/等高線ディスプレイ、プロットング/スタックディスプレイ、プロットング

操作方法はそのままに

Delta Ver.4.3.6でもほぼ同様のグラフィカルユーザーインターフェイスで装置コントロール、データ処理がスムーズに行えます。

使い慣れた操作と最新のWSシステムの組み合わせで理想的な環境をご用意いたしました。



その他

Onlineヘルプ機能/Delta software操作/Data Conversion

標準構成

ワークステーション

Windows® 7 Professional 32bit 正規版(英語版)*1
インテル® Xeon® プロセッサー*1/2GB メモリー/250GB ハードディスクドライブ/最大16倍速スーパーマルチドライブ
22インチワイド液晶ディスプレイ

分光計制御システム

Linux システム(Debian GNU/Linux3.0)/シングルボードコンピュータ/AQP5

ソフトウェア

Delta Ver.4.3.6 *2

プリンター

HP LaserJet5200n*1

*1:社名および製品名は各社の商標または登録商標です。

*2:Delta Ver.5 には対応していません。

未サポート機能

以下内容につきましては現在動作確認がとれておらず、誠に申し訳ございませんが未サポートとさせていただきます。
また、JNM-ECP シリーズは既に販売が終了している商品のため、分光計ハードウェアを追加することはできません。ご了承ください。

オートサンプルチェンジャー16本/64本、CFHプローブ、固体NMR測定、GLP、21CFR part11 対応

JEOL

集束イオンビ

集束イオンビーム加工観察装置JIB-4000は、“親しみやすい高性能なFIB装置”をコンセプトに、新たに開発したシングルビームFIB装置です。SEMやTEM観察用の試料作製はもちろん、作製した断面をそのままSIM像で観察するなどの解析作業の用途にも使用できる装置となっています。以下にJIB-4000の特長とアプリケーションの一例を紹介いたします。

JIB-4000の“親しみやすい高性能な”特長

① “親しみやすい”特長

■デザイン

本装置では外観デザインを一新し、装置コンセプトである親しみやすい装置を表現したデザインとしました(図.1)。



図.1 JIB-4000外観(右上:従来機の外観)

■環境に優しい

環境にも配慮した設計になっており、狭い場所でも設置できるように、電源ユニットを削除し、フットプリントを従来機よりさらに小さくしました(図.2)。また、不要なGaイオン源の消費を抑える省エネモードを搭載しています。

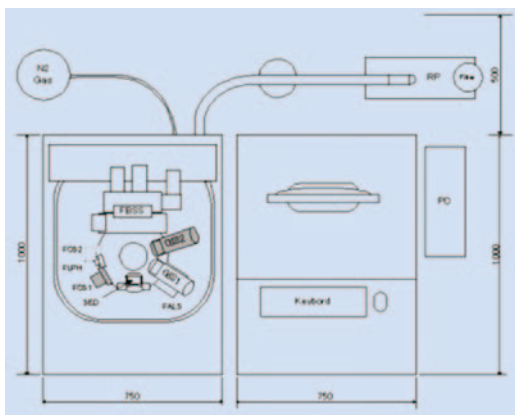


図.2 JIB-4000標準レイアウト図
電源ユニットが無くなり、本体と操作ユニットの2ユニット構成

■操作性

GUIも大幅に改良し、操作性をより向上させました。主要な操作ボタンを大きくし、アイコンはグラフィカルなデザインになっているので、直感的な操作が可能です(図.3)。

特に加工設定は、煩雑になりやすい加工ビームスキャンのパラメータ設

定を、粗加工に使用するラピッドモード、仕上げ加工に使用するミルモード、デポジションに使用するデポモードの3つに分け、それぞれ最適なビームスキャンパラメータをプリセットしています。ユーザーは、目的に応じてこの3つのモードを選択することで、目的の加工が実施できます(図.4)。

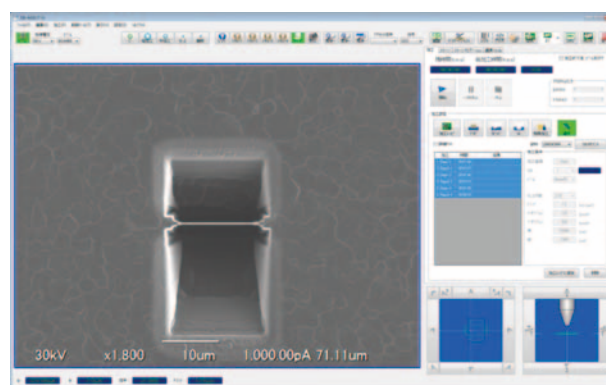


図.3 GUI
21インチワイドCRTに表示



図.4 加工設定部のGUI
複雑な加工パラメータはプリセットされ、加工目的によりラピッドとミル、デポの3モードをボタンで選択できます。一度設定した加工条件は、加工レシピに登録し、再利用が可能になっています。

② “高性能な”特長

JIB-4000の装置性能の主要項目を表.1に示します。従来機種に比べさまざまな性能を向上させています。下記に、その項目を紹介いたします。

性能	JIB-4000	従来機
SIM像分解能	5 nm@30kV	6 nm@30 kV
ビーム電流	0.5 pA~60 nA	1 pA~40 nA
加速電圧	1 kV~30 kV	5 kV~30 kV
倍率	60倍(観察)、 150~300,000倍 (加工、観察)	50倍(観察)、 150~300,000倍 (加工、観察)
最大試料サイズ	28 mmφ (高さ13 mm)	28 mmφ (高さ13 mm)

表.1 JIB-4000と従来機の主要スペックの比較

シングルビームFIBの紹介

大電流加工観察装置 JIB-4000

大電流

Gaイオンビームのエミッタと集束レンズの配置を最適化し、最大イオンビームの電流値を60nAに向上しました。これは従来機の約1.5倍の電流値で、粗加工の加工速度が従来機の4倍以上になり加工時間が大幅に短縮できます。(図.5)

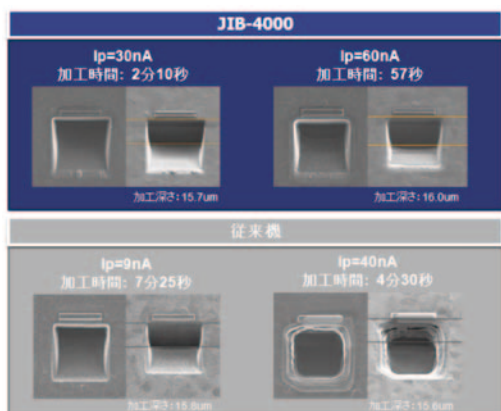


図.5 大電流加工の従来機との比較

上:JIB-4000で加工、下:従来機での加工

縦、横20 μm の矩形で深さが約15 μm になるように加工を行った。JIB-4000では約1 minで加工ができており、従来機の約4倍の速度で加工ができます。

高分解能

イオン光学系の改良によりSIM像分解能が向上されています(5nm@30kV)。図.6はメモリデバイスの断面を観察した例です。JIB-4000は、試料作製の作業だけでなく、作製した断面をそのままSIM像により観察するような作業にも対応できるので、幅広い解析用途に使用可能です。

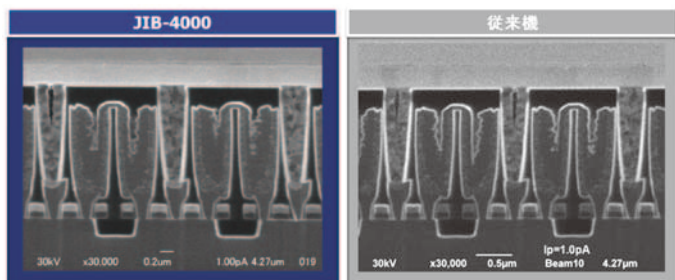


図.6 従来機とのSIM像の比較

左:JIB-4000、右:従来機で観察

FIBで断面加工したメモリデバイスの断面を観察。従来機より見え味が向上しています。

イオンビームの安定化

イオン光学系は、静電2段レンズ系、静電2段偏向およびモータ駆動12段可動絞りを採用しています。特に、モータ駆動可動絞りの位置精度を向上させることで、イオンビームをより安定させています。

低加速電圧への対応

加速電圧は1kV~30kVの範囲で可変できます。TEM観察用薄膜試料作製の際、イオンビームによるダメージ層除去を低加速電圧のイオンビームで行えるので、より高品質なTEM試料の作製が可能です。

応用例

Solder Bumpの断面加工とSIM像観察

JIB-4000では最大電流値が向上し加工速度が増加しています。そのため、比較的大きい100 μm 程度の観察対象物の加工も短時間でいきます。その一例として、直径100 μm の半田バンプの断面を作製し、その断面のSIM像観察を行った例です。手順を追いながら説明します。

①保護膜の作製

断面作製する位置の上にカーボンデポジションを行い、保護膜を作製します(図.7 ①)。

②粗加工

照射電流値60nAのビームを使い、Bumpの下側半分を加工します。この加工はラピッドモードで行います(図.7 ②)。

③仕上げ加工

照射電流値4nAのビームにし、観察断面部のみをミルモードで加工します(図.7 ③)。

④断面のSIM像観察

ステージを60°傾斜することで作製した断面を観察できます。観察時は照射電流1 pA~10 pAを使用します。(図.7 ④)

保護膜作製から仕上げ加工まで断面作製に要した時間は約80分です。従来機では約5時間必要としていた作業ですので、作業時間が大幅に短縮されています。

また、SIM像ではチャネリングコントラストが生じやすいため、図.8に示すように各層の結晶粒界の様子が明瞭に観察できています。

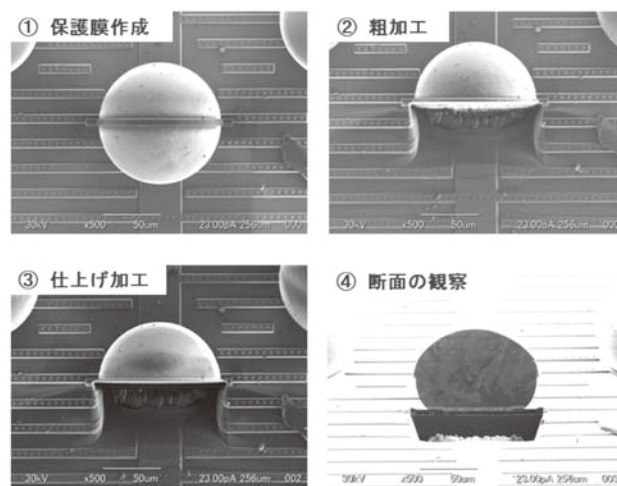


図.7 Solder Bumpの断面加工の様子

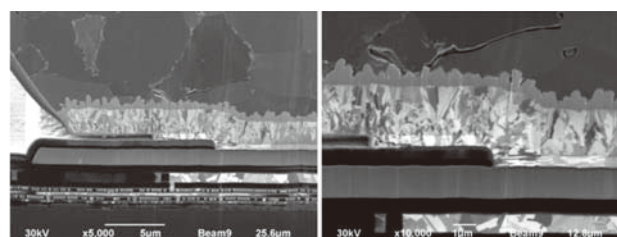


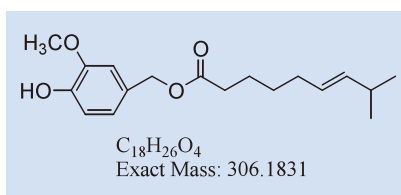
図.8 Bump断面のSIM像

チャネリングコントラストが鮮明に確認できます。

ネットショッピングやテレビショッピングでの広告が大流行である。テレビの専門チャンネルもできている。その中で取り扱われている商品として健康食品がある。長寿、若さを保つ、ダイエット、病を克服したいと願望する健康志向の表れであろうか。それらの成分のひとつであるヒアルロン酸、グルコサミン、セサミンなどの名前はその化学構造が分からなくても、馴染みになっている。筆者も健康でありたい願望から健康食品を利用している。化学分析の観点からある健康食品に注目し、含まれるカプシエイト成分の構造解析をFABMS(Fast atom bombardment mass spectrometry)、DART(Direct analysis on real time)イオン化およびGC/MSによる質量分析を試みた。記載されている成分表を見るとほとんどが油脂であり、目的成分のカプシエイト類は1%以下の低濃度で存在している。分析にあたっては前処理なしにカプセル中の油を試料として直接測定した。FABMSとDART測定によるスペクトルから成分の存在を確認し、さらなる確認のためにGC/MS測定を行い検証した。

1. カプシエイト成分

唐辛子成分のひとつであるカプサイ신의アミド結合がエステル型に変化した構造を持ち、辛さはカプサイ신의1/1000ほどと言われている。その化学構造と分子組成を示す。



1. FAB測定

装置はJMS-700高性能二重収束質量分析計を用いた。イオン化に必要なマトリックスとしてm-ニトロベンジルアルコールを選択した。本健康食品はカプセルになっており、ナイフで切り取り出てきた油状分とマトリックスをターゲット上で混合して測定し、正、負イオンスペクトルを得た。図-1,2に正イオンFABスペクトルを示す。解析すると油脂成分のスペクトルを呈し、主成分は植物油と炭素数C8脂肪酸を有するトリグリセリンと推測した。目的としたカプシエイト成分の分子量に相当する付近の質量を精査すると、ピーク308が非常に弱く検出されるが、スペクトル解析を進めた。ピーク308をM⁺とするとカプシエイト成分の還元体と推察した。構造を帰属するためにピーク308からリンクドスキャン測定を行い、プロダクトイオンを解析した。図-3にそのスペクトルを示す。ピーク308の強度は低いが、それでも137、154に明瞭なスペクトルを与えた。その構造から帰属すると137は芳香環のα開裂、154はその隣のエーテル結合で開裂したプロダクトイオンに相当している。次に、308について精密質量測定を行ったところ、308.2014の値が得られC₁₈H₂₈O₄の組成と一致した。不飽和度(二重結合数)は5となり、芳香環とエステル結合の二重結合数に相当している。その結果、上記のカプシエイトの還元体の構造に帰属することができた。

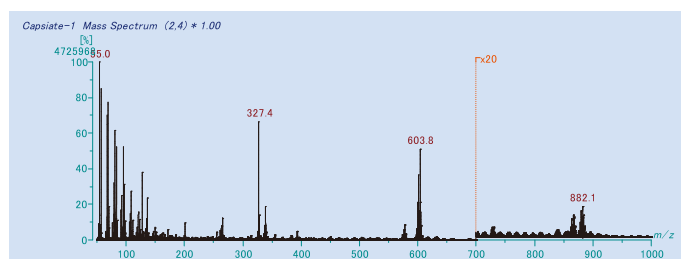


図-1 健康食品の正イオンFABスペクトル

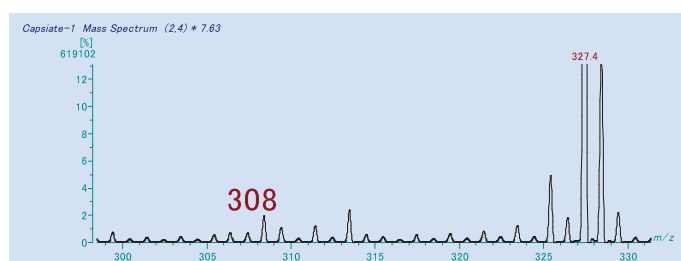


図-2 目的成分の分子量付近の拡大スペクトル

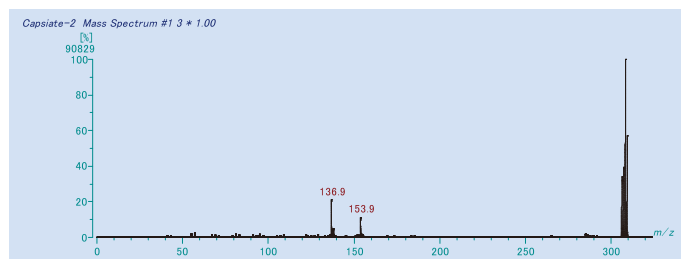


図-3 308からのプロダクトイオンスペクトル

2. DART分析

DARTは大気圧の条件下で200℃以上に加熱・励起したHeガスを対象試料に吹き付け、気化と同時に生成したイオンの質量分析を行う手法である。測定にはJMS-T100LP飛行時間質量分析計を用いた。試料をアセトンで希釈し、その溶液をイオン化部にかけしスペクトルを獲得した。設定した温度は250℃である。そのスペクトルを図-4、5に示す。

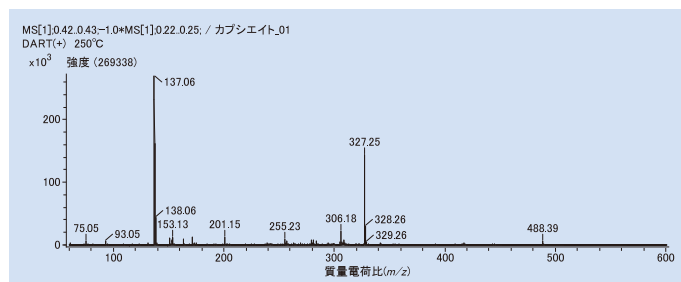


図-4 正イオンDARTスペクトル

特定成分の質量分析による構造解析

分析があればサポートいたしますー

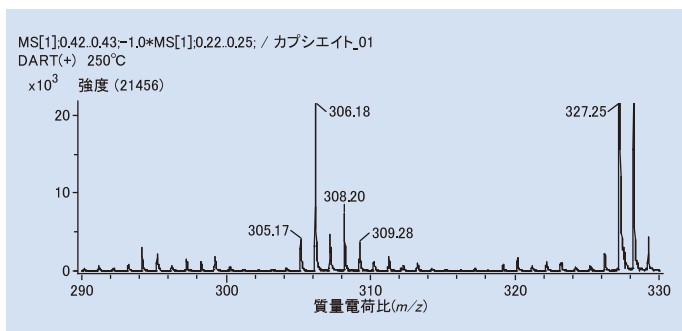


図-5 目的分子量付近の拡大スペクトル

1%以下の低濃度にも関わらず目的としたカプシエイト成分が306にM⁺として明瞭に確認できた。またFABで検出された還元体に相当する分子量308も出現している。ピーク306と308について精密質量を評価すると、目的のカプシエイトとその還元体に相当する組成と一致した。さらに137の精密質量から解析するとベンゼン環の α 位で解裂したフラグメントイオンと帰属できた。

精密質量から主要ピークを帰属すると327はFABスペクトルと同様に中鎖の炭素数C8脂肪酸からなるトリグリセリンのフラグメントイオンに一致した。その分子量は470であり、488の質量はそのアンモニウム付加イオンに相当している。主成分の植物油由来のピークは検出されなかった。おそらくヘリウムガスを噴霧する設定温度が250℃と低いために気化されず検出されていない。FABスペクトルと比較すると1%以下の濃度でも明瞭なスペクトルが出現しており、DARTイオン化は設定温度により選択的なイオン化が生じ、有用な手法であった。

3. GC/MS測定

カプシエイト成分のさらなる検証のためにGC/MSにて検討した。油状の試料をアセトン溶液として測定した。カラムはメチルシリコン系の液相のZB-1、0.32φ×30m、膜厚0.1μmである。装置はJMS700高性能二重収束質量分析計、イオン化電圧70V、イオン化電流100μA。カラム温度100℃~280℃まで10℃/minのプログラムで昇温した。キャリアーガスとしてのHe流量は1.5mL/minの条件である。

トータルイオンクロマトグラム(TIC)とそれぞれのピークのスペクトルを解析した結果、14分と14.1分に目的としたカプシエイト成分と21分に炭素数C24のトリグリセリンの存在が確認できた。図-6.7にTICと306と308のマスプロマトグラム、カプシエイト成分のスペクトルを示す。

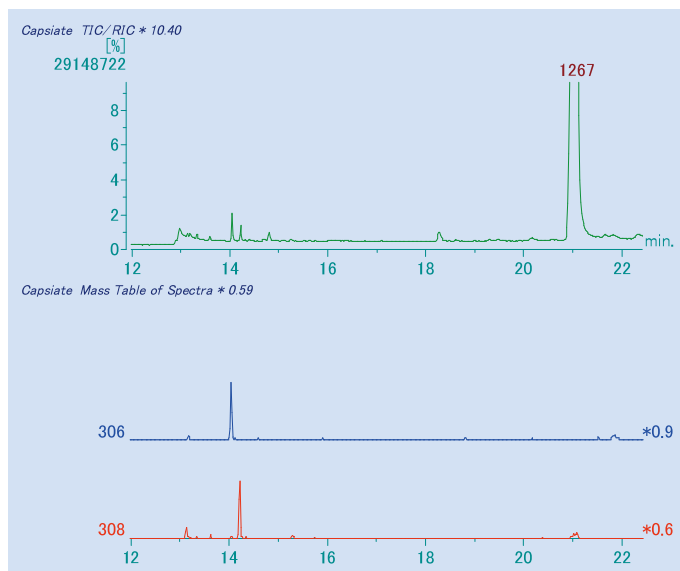


図-6 GC/MS測定結果(トータルイオンクロマトグラムと306と308のマスプロマトグラム)

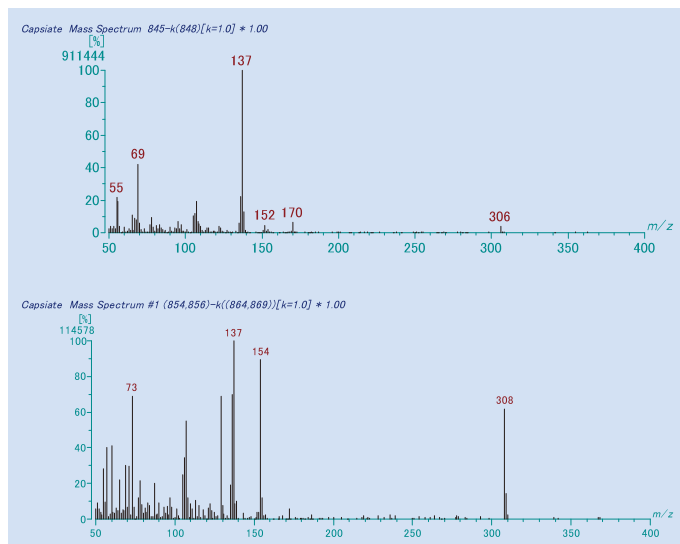


図-7 保持時間14分と14.1分に溶出したピークのEIマススペクトル

おわりに

ある健康食品の特定成分をFAB、DART、GC/MS分析を行い、その化学構造を評価することができた。試料は油脂成分を除くなどの特別な前処理をしていない。DARTは瞬時(リアルタイム)に分子量を反映したスペクトルが得られるために便利なツールであった。

日本電子の60年の歴史で培った経験と実績を生かした受託分析。
理科学機器メーカーだからこそできる分析技術と最新の高性能機器での分析。
専門スタッフがニーズにあった分析をサポートいたします。

分析での検討段階で、種々な項目が出されます。
こんな時、受託分析での対応を検討してはいかがでしょうか。

- 「装置が混んでいて使えない。」「故障解析がしたい。」「分析装置がない。」
- 「食品の安全管理は大丈夫か?」「環境調査に役立てたい。」
- 「製品の異物を分析したい。」「専門家にまかせたい。」
- 「分析機器はあるけど、試料作製が難しい。」「問題解決の近道を探したい。」
- 「薬剤効果を可視化したい。」「品質管理・保証の確認がしたい。」
- 「他に良い分析・測定方法ってないのか。」「教育用データが欲しい。」
- 「大きさ・厚みが知りたい。」「時間がない!」「開発した素材を評価したい。」

ご要望に合わせて、受託分析サービスのスタイルが選べます。
すべてお任せから試料作製などのピンポイントサポートまで、お客様のご要望に合わせたプランをご提案いたします。

【ケース 1】

受託分析:お客様の試料をお預かりして、分析、測定いたします。
試料作製から分析までトータルでサポート、各種分析手法のご相談に応じます。
分析、測定のみでもお受けします。



《対応装置》

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) 走査プローブ顕微鏡 (SPM)、オージェマイクロプローブ、光電子分光装置、核磁気共鳴装置 (NMR)、質量分析計 (MS)

【ケース 2】

立会い分析:お客様と一緒に分析、測定いたします。
専任のオペレータがお客様のご希望に沿って分析します。
分析結果を確認しながら、リアルタイムに分析箇所や条件の指定ができ、時間内 (9:00~16:00の6時間) での試料数に制限はありません。

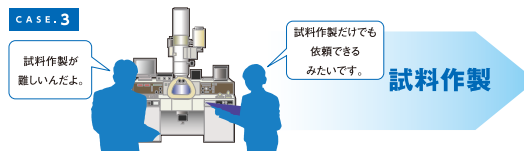


《対応装置》

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) 走査プローブ顕微鏡 (SPM)、核磁気共鳴装置 (NMR)、質量分析計 (MS)

【ケース 3】

試料作製:最新機器を用いて、専門スタッフが試料を作製いたします。
試料作製の問題 (設備が無い、難しい、時間が無い、など) を解決します。
良いデータを得るためには、良い試料が必要です。経験豊かなスタッフが試料と分析機器に合った試料作製を致します。



【試料作製手法】

イオンリング法、超薄切片法、凍結割断レプリカ法、凍結切片法、生物試料作製、CPによる断面試料作製、研磨

【試料作製装置】

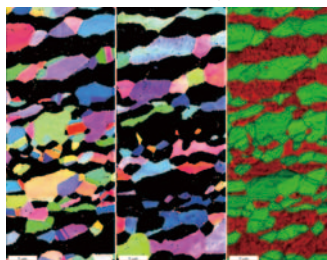
- 断面試料作製装置:CP、マイクローム、TXP、PIPS、IS
- 生物試料乾燥装置:臨界点乾燥装置、凍結乾燥装置
- 金属蒸着装置: Au、Pt、W、Cr、Os、C、
- 凍結割断レプリカ装置

【受託分析内容の装置別で依頼例】

■走査電子顕微鏡 (SEM)

生物から材料試料まで、観察から各種分析まであらゆるご要望に対応いたします。
走査電子顕微鏡は、試料の形状から微細構造まで、様々な形態観察に適しています。
各種測定装置と組み合わせる事で「元素分析」「結晶性の分析」など様々な観察と分析が可能です。
また、断面作製装置など各種試料作製装置と組み合わせる事で、断面の観察・分析や、低真空SEMやクライオSEM等により、含水試料の直接観察も可能です。

EBSDによる結晶方位Map (二重ステンレス)



◆主要装置:高分解能走査電子顕微鏡、低真空走査電子顕微鏡、クライオ走査電子顕微鏡

◆分析装置:エネルギー分散型X線分析装置 (EDS)、後方散乱電子解析 (EBSD)、カソードルミネッセンス (CL)、内部起電力観察 (EBIC)

実績試料

- 生物一般組織 • バクテリア • 酵母 • カビ • 植物 • 毛髪 • 羊毛 • 昆虫
- 食品 (パン・うどん・豆腐・米・精肉・卵・乳製品等) • 医薬品
- 化粧品 (リンス・石鹸・クリーム・乳液・マスカラ等)
- 金属高分子材料 (ゴム・プラスチック・フィルム)
- 機械部品 • 電子部品 • 紙 • 粉体材料 • ガラス • セラミック

《観察手法》

通常SEM観察、クライオSEM観察、低真空観察、低真空クライオ観察、無蒸着高倍観察、断面観察、EDS分析、EBSD分析、CL、EBICによるICの故障解析
走査顕微鏡内加熱観察 (500℃まで)

■透過電子顕微鏡 (TEM)

SEMよりさらに細かな情報へ

生物系から材料系の観察・分析のご要望に対応いたします。

透過電子顕微鏡は様々な試料の微細構造観察・分析に適しています。

生物試料のような組織観察から材料系試料の結晶構造やナノ・原子オーダーの観察まで行えます。

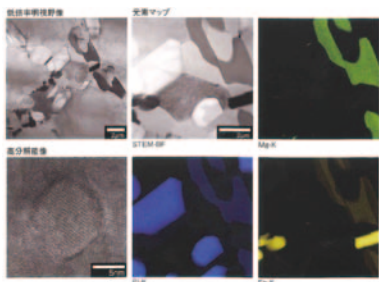
が展開する『受託分析』

理を最新のテクノロジーと専門スタッフでサポート

各種測定装置と組み合わせることにより、高分解能での「ナノオーダー元素分析」や「トモグラフィ」など様々な観察・分析が可能です

主要装置

高分解能透過電子顕微鏡(400kV・200kV) 分析透過電子顕微鏡(200kV)
高コントラスト透過電子顕微鏡(100kV) エネルギー分散型X線分析装置(EDS)
電子エネルギー損失スペクトル分光装置(EELS) トモグラフィ



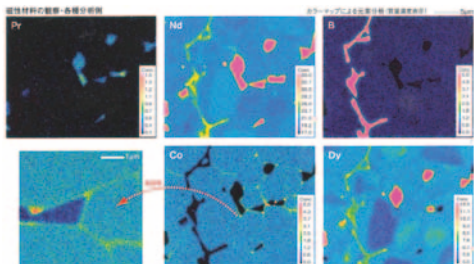
■電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)

材料観察と、より詳細な元素分析のご要望に対応いたします。

電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)は、元素分析に特化した装置です。微量元素や軽元素、多数の重元素を含む試料の元素分析が高精度で行えます。ご依頼の試料、分析目的にあった適切な前処理と各種測定条件の設定、標準試料測定などを行い、信頼性の高い分析結果をご提供いたします。

主要装置

- ・高分解能電子プローブマイクロアナライザ(FE-EPMA)
- ・電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)



■特殊消耗品・標準試料の作製

お客様のご要望に合わせ、電子顕微鏡などの特殊消耗品、標準試料の作製をいたします。

電子顕微鏡の試料作製に必要なガラスナイフやマイクログリッドなどの消耗品をお客様の用途に合わせてオーダーメイドで作製いたします。

主要商品

- ガラスナイフ(ボート付き、ボート無し)
- TEM支持膜、マイクログリッド作製(材質、メッシュのサイズなど、ご要望に合わせて作製いたします)
- EPMA標準試料作製および再研磨



ガラスナイフ



支持膜付グリッド



EPMA標準試料

■核磁気共鳴装置(NMR)

サンプルに合わせて装置の最高パフォーマンスで測定いたします。

核磁気共鳴(NMR)の利点は非破壊分析であることです。そして、サンプルを溶液や固体など見たい状態で測定できます。サンプルの物性や分子構造に関する詳細な情報がわかります。

- ・高分解能NMR装置
- ・各種プローブ



■測定手法

- 構造解析に必要な測定をセットで ▶ 基本測定 ($^1\text{H}/^{13}\text{C}$ -1D, DEPT, COSY, HMQC, HMBC)
- 高分子の解析や詳細な構造解析に ▶ 応用測定 (NOESY, ROESY, TOCSY, ...)
- 様々な核種に対応いたします ▶ 多核測定 (^{19}F , ^{31}P , ^{29}Si , ^2H , ^{17}O , ^{15}N , ^{39}K , ...)
- フッ素系化合物を特殊プローブで ▶ CFH測定
- 動的構造や分子物性の解析に ▶ 緩和時間測定
- 分子物性解析に ▶ 拡散係数測定
- 溶液混合物や高分子の分子量測定に ▶ DOSY測定
- 固体混合物や結晶多形の分析に ▶ ROSY測定
- 固体試料もお任せ下さい ▶ 固体NMR測定 (CPMAS, DDMA, MQMAS, ...)
- 重水素化溶媒を使用しない場合に ▶ No-D測定
- 厳密な定量が必要な場合に ▶ 定量測定 (qNMR)

■質量分析計(MS)

合成物から天然物まで、種々な有機物の質量分析に高度な技術で対応いたします。ガスクロマトグラフィー質量分析(GC/MS)、液体クロマトグラフィー質量分析(LC/MS)により定性分析や定量分析が行えます。

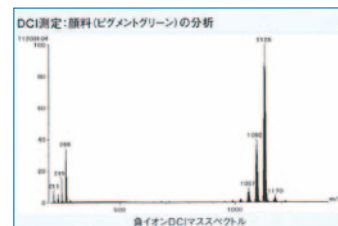
GC/MSでは、パイロライザーやヘッドスペースなど前処理装置を組み合わせる測定も可能です。精密質量測定やMS/MS測定により、元素分析や構造解析が可能です。

- ・主要装置：二重収束質量分析計、四重極質量分析計、飛行時間質量分析計
- ・対応できるイオン化法

- 電子イオン化(EI) / 脱離電子イオン化(DEI)
- 化学イオン化(CI) / 脱離化学イオン化(DCI)
- 高速原子衝撃(FAB)
- エレクトロスプレーイオン化(ESI)
- 大気圧化学イオン化(APCI)
- 電界脱離(FD) / 電界イオン化(FI)
- Direct Analysis in Real Time(DART)

・分析例

- 有機材料の分析
- ヘッドスペースGC/MSや熱分解GC/MSを用いた分析
- 天然物や合成物質の元素分析
- FAB, ESI, APCIを用いた高分子量化合物の分析
- GC/MS, LC/MSによる定量分析
- 金属錯体、顔料の構造評価



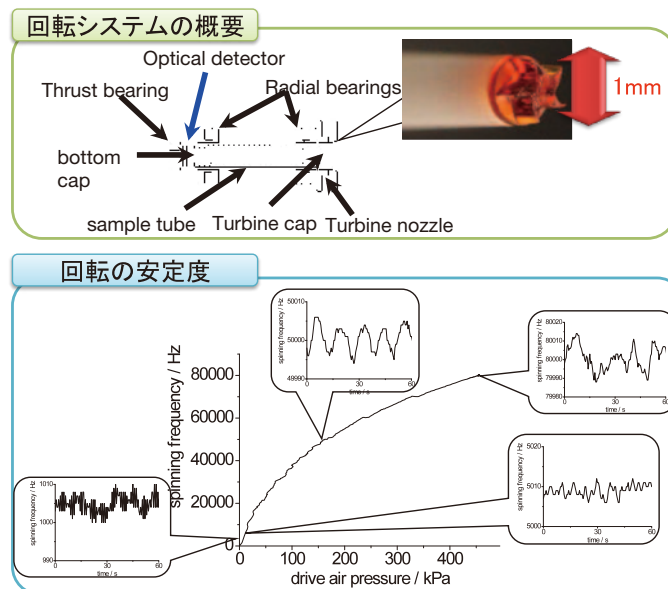
その他、受託分析に関するご質問や装置についてのお問合せは下記までお願いします。

■お問合せ先:

- 日本電子株式会社 R&D企画推進室
- 電子顕微鏡関係 ☎042-542-5501
- 質量分析(MS)関係 ☎042-542-5502
- 核磁気共鳴(NMR)関係 ☎042-542-2241

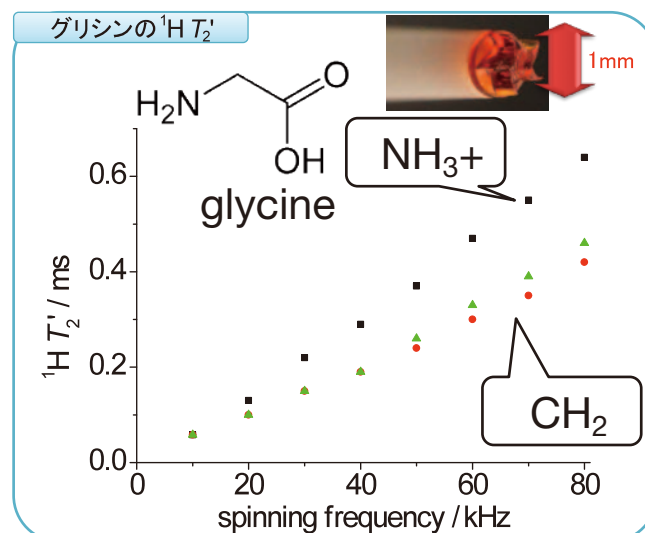
80kHzの超高速試料回転を可能とする1mm MASシステムの紹介

世界最高速となる80kHzの超高速magic angle spinning(MAS)を実現する1mm MASシステムの開発状況を紹介します。試料管外径は1mmであり、試料の有効体積は0.8 μ Lを確保しました。1kHzの低速から80kHzの最高速にいたるまで連続的に安定した試料回転を実現します。回転数の安定度はいずれの試料回転速度でも $\pm 5\sim 10$ Hzを確保しました。



80kHzの1mm MASが切り開く未来

世界最高速の80kHzの超高速magic angle spinning(MAS)を実現する1mm MASシステムの切り開く未来を紹介します。 ^1H のスピンエコーにより測定した横磁化緩和時間(T_2')は、試料回転速度に比例して長くなることが知られています。これはMASによりhomogeneous broadeningが減少することが原因です。 T_2' が長くなると、INEPTやHMQC/HSQCなどの ^1H を使った磁化移動/相関実験での高分解能化および高感度化が期待されます。グリシンの ^1H のMAS下での T_2' は、確かに試料回転に比例して長くなっていることが実験的に示されました。このように1mm MASは、 ^1H を用いた観測に明るい未来を切り開きます。

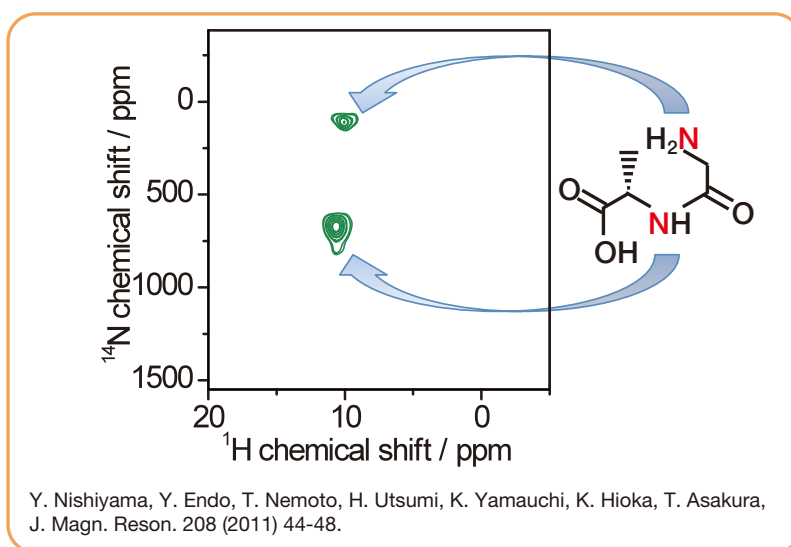


本開発は(独)科学技術振興機構による産学イノベーション加速事業【先端計測分析技術・機器開発】の支援を得て行われております。

kHzの試料回転が開拓する未来

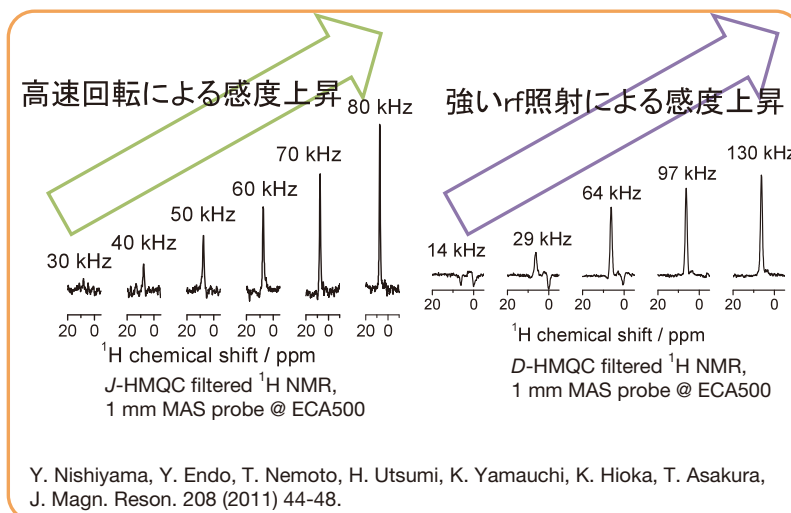
超高速MASの開く新規測定:固体微量試料の ^{14}N NMR測定の紹介

固体微量有機試料の超高速 ^{14}N NMR測定を紹介します。窒素は材料、生体試料など幅広い分野で重要な役割を果たしています。しかしながら、窒素原子の99.6%を占める ^{14}N は $I=1$ の四極子核であるためNMR測定が困難であり、窒素核の測定には高価な ^{15}N ラベル試料が必要とされてきました。ここでは、弊社で開発した80kHz試料回転を実現する1mm MASプローブにより微量固体試料の高感度・高分解能測定が実現しました。わずか0.8 μL のペプチド(グリシルLアラニン)を用いて、2分で測定が実現しました。二つの窒素が明瞭に分離して観測されました。また、 ^{14}N 次元の分離を利用してわずかな ^1H 化学シフトの差も観測されています



超高速MASの開く新規測定:固体 ^{14}N NMR測定のキーポイント

弊社で開発した固体微量試料の ^{14}N NMR測定(Y. Nishiyama, et al., J. Magn. Reson. in press, JEOLアプリケーションノートNM100003)におけるキーポイントをご紹介します。高分解能化・高感度化のポイントは、高速回転と強いrf 磁場にあります。1mm MASを用いることにより、80kHzもの超高速回転が実現しました。また1mm MASに備えられているマイクロコイルの特長により、 ^{14}N という低ガンマ核かつ標準rfアンプ(300W)の構成ながら、極めて強いrf磁場照射が実現しました。 ^{14}N HMQCフィルターを通した ^1H NMR信号強度が、高速回転および強いrf磁場により大幅に増大していることがわかります。このように1mm MASの備えている高速回転、高rf 磁場強度の特徴は ^{14}N NMR測定に好適であることがわかります



本開発は(独)科学技術振興機構による産学イノベーション加速事業【先端計測分析技術・機器開発】の支援を得て行われております。本研究は東京農工大学の朝倉教授および山内博士との共同研究の成果です。

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	5月	6月	7月	8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				
	応用	(3)1400標準	2日	基本操作技術の習得	19~20		14~15	
		(4)2100F標準*1	3日	基本操作講習	12~13	9~10	20~22	24~26
SEM	基本	(1)生物試料固定包埋	1日	生物試料の固定包埋法と実習		15	11	
		(2)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		16~17	12~13	
		(3)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		15~17		10~12
		(2)7000F TFE-SEM標準	3日	TFE-SEMの基本操作	18~20		13~15	
		(3)6510/6610SEM標準	3日	JSM-6510/6610 SEM基本操作	10~12	7~9	5~7	8~10
EPM	基本	(4)LV-SEM標準	1日	LV-SEM基本操作	13		8	
		(5)EDS分析標準	2日	JED-2300EDS基本操作	24~25	21~22	28~29	25~26
		(6)CP試料作製*2	2日	CPIによる断面試料作製技法と実習	26~27	23~24	26~27	24~25
EPM	基本	(1)定性分析標準	4日	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	24~27		12~15	30~9/2
		(2)定量分析標準	2日	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作	30~31		19~20	
		(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		1~2	21~22	

*1 7月より期間が3日間となります。

*2 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	5月	6月	7月	8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		7~9		9~11
		(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	10~12		12~14	
		(3)NMRビギナーズ	2日	NMR装置の基礎知識の整理		23~24		
	応用	(1)NOESY (1D&2D)	1日	NOE測定知識の整理と確認				31
		(2)NOESY (1D&2D)(Delta V5.0)	1日	NOE測定知識の整理と確認				30
		(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				23~24
		(6)固体NMR (Delta)(Delta V5.0)	2日	固体NMR測定基本操作				25~26
		(7)DOSY (Delta)	1日	DOSY測定と注意点				
		(8)DOSY (Delta)(Delta V5.0)	1日	DOSY測定と注意点				
		(9)qNMR (Delta)	1日	qNMRの概要・測定操作				22
(10)多核NMR測定	2日	多核測定のための知識と基本操作		31~6/1				
MS	基本	(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		
		(2)T100GC基本(WinXP)	2日	T100GCの基礎解説と基本操作(WinXP)		22~23		
		(3)T100GC基本(Win7)	2日	T100GCの基礎解説と基本操作(Win7)			7~8	
		(4)Q1000GCMkII基本	2日	MSの基礎解説と定性・定量測定	18~19	22~23		24~25
		(5)Q1000GC(K9)基本	2日	MSの基礎とK9の定性・定量測定			7~8	
		(6)MStation基礎	3日	MS700の基礎解説と低分解能測定	18~20			24~26
	応用	(7)GC/MSビギナーズ	1日	GC/MSの基礎知識		17		
		(1)T100GC(FD)(WinXP)	1日	T100GC FDの基礎解説と基本操作		24		
		(2)MS700/800定量	3日	MSの基礎的なSIM測定				17~19
		(3)MS-700精密質量測定	1日	EI/FABの精密質量測定	27			
		(4)Q1000GC MKII CI/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	20	24		26
MS	応用	(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				

● 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。

講習会は計画停電の影響で、やむを得ず中止とさせていただきます場合があります。今後の講習会スケジュールに関しましては、弊社ホームページでご確認頂くようお願いいたします。

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

R&D企画推進室 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



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
2011年4月発行 No. 087
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)営業戦略本部 営業企画室

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>

営業戦略本部

〒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

高松(087)821-0053・福岡(092)411-2381

データムソリューション事業部

<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

サービスサポート：

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