

# ANALYTICAL NEWS

No.093

JEOL

日本電子株式会社



- トピックス
- JEOL DATUM INFORMATION
- 新製品紹介
  - 電子顕微鏡JEM-1400Plus
  - マスイメージングMALDI-TOFMSシステム
- 技術情報
  - 走査電子顕微鏡各種グレードアップの紹介
  - LC/MSで使用する移動相溶媒の検討
- 講習会スケジュール

# 「JASIS2012」出展のご報告



社団法人日本分析機器工業会/日本科学機器協会主催の「JASIS2012(旧 分析展/科学機器展) 9月5日(水)～7日(金)の3日間、千葉・幕張メッセで開催されました。

JEOLグループは「JEOLは豊かな未来に、科学で貢献します。」をキャッチフレーズに、最新装置の実機展示やラボコーナーを中心に様々なソリューションをご提案する展示で、見て、触れてわかりやすいブースデザインにし、お客様をお迎えいたしました。展示の見どころとして、ブース正面に新しいデザインの卓上走査電子顕微鏡JCM-6000 Neo Scopeを3台展示し、装置紹介の寸劇を交えて、よりわかりやすく、より簡単に使ってもらえることを提案させていただきました。寸劇終了後には、装置の周りにまたたく間にお客様が集まり、簡単操作を体験されていました。

また、ブース中心にはJAXAからの協力をいただき、はやぶさとイトカワの模型をコーナーに設置し、イト

カワより持ち帰った微粒子をEPMAで分析した事例を報告し、世紀のプロジェクトに役にたったことをご紹介します。

走査電子顕微鏡コーナーでは、ハイエンドSEM、JSM-7800Fをはじめ、汎用型電子顕微鏡JSM-6010LAインタッチスコープを実機展示し、Neo Scopeの運用と連携をご紹介します。その他、透過電子顕微鏡コーナーでは、ハイスループット透過電子顕微鏡JEM-2800を本社とリモート操作によるデモンストレーションを実施し、解析効率向上をご紹介します。走査型電子顕微鏡や透過型電子顕微鏡に必要な前処理装置の集束イオンビーム加工観察装置やアルゴンイオンのクロスセクションポリッシュも新たな機能やアプリケーションを付加し、様々な市場へ対応できることを提案いたしました。

## 特別価格キャンペーン

キャンペーン期間:2012年9月1日~2012年12月31日

### IB-09010CP 断面試料作製装置 (クロスセクションポリッシャ)

2003年に電子顕微鏡用試料作製装置<クロスセクションポリッシャ>の販売を開始し、ワールドワイドでご愛顧いただいております。

すでに1,000台以上の販売実績があります。この度、特別価格キャンペーンとして、IB-09010CP(標準構成)を**500万円**のキャンペーン価格でご提供させていただきます”



### JIB-4000

### 集束イオンビーム加工観察装置

集束イオンビーム加工観察装置のJIB-4000は、加速したGaイオンビームを集束し試料に照射する事で、試料表面の高倍率観察、エッチング加工、カーボンやタングステンなどのデポジションが行える装置です。

TEM観察のための薄膜試料や試料内部を観察するための断面試料の試料作製が可能です。

この装置を**キャンペーン価格**でご提供させていただきます。



■お問い合わせ先：電子光学機器販売グループ TEL(042)528-3353

## セミナー開催のご案内

### ■SEM・EDSセミナー ~SEM・EDS操作入門~【東京会場】

と き：2012年10月30日(火) 13:00~16:30(受付12:30~)  
ところ：連合会館<千代田区神田駿河台3-2-11 03-3253-1771(代)>  
JR中央線・総武線 御茶ノ水駅(聖橋出口) 徒歩5分  
営団地下鉄千代田線 新御茶ノ水駅/丸ノ内線 淡路町駅  
都営地下鉄新宿線小川町駅いずれもB3出口直ぐ

講 師：日本電子(株)データムソリューション事業部 テクニカルサポートセンター部員  
定員 120名  
参加費 ¥10,500(消費税込)

### ■SEM・EDSセミナー ~SEM・EDS操作入門~【大阪会場】

と き：2012年10月31日(水) 13:00~16:30(受付12:30~)  
ところ：新梅田研修センター<大阪市福島区福島6-22-20 06-4796-3371(代)>  
JR大阪駅 徒歩12分 無料シャトルバスで5分  
(大阪駅 桜橋口より20分おきに出発)

講 師：日本電子(株)データムソリューション事業部 テクニカルサポートセンター部員  
定員 100名  
参加費 ¥10,500(消費税込)

### ■SEM・EDSセミナー ~SEM・EDS操作入門~【福岡会場】

と き：2012年11月9日(金) 13:00~16:30(受付12:30~)  
ところ：福岡朝日ビルB1会議室<福岡市博多区博多駅前2-1-1 092-431-1260>  
JR博多駅(博多口) 徒歩2分

講 師：日本電子(株)データムソリューション事業部 テクニカルサポートセンター部員  
定員 30名  
参加費 ¥10,500(消費税込)

### ●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  
ソリューションビジネス本部 山本 修裕(やまもと のぶひろ)まで  
TEL:042-526-5095 FAX:042-526-5099

### ■透過電子顕微鏡入門コース

と き：<第1回>2013年1月28日(月) 半日(午後)  
ところ：日本電子株式会社 開発館 <〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2>  
JR青梅線 中神駅北口下車 徒歩10分、またはJR中央線 立川駅下車 タクシー20分

講 師：日本電子(株)データムソリューション事業部 テクニカルサポートセンター部員  
定員 6名  
参加費 ¥10,500(消費税込)

### ●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 テクニカルサポートセンター  
R&Dビジネスサポート部 講習受付  
TEL:042-544-8565 FAX:042-544-8461

## 2012 EPMA・表面分析ユーザーズミーティング開催

「EPMA・表面分析ユーザーズミーティング」は今年も東京会場(東京大学工学部武田先端知ビル5階武田ホール)、大阪会場(千里ライフサイエンスセンター)にて、10月4、5日と10月12日に開催をいたしました。今回の開催で第31回目を迎え、約400名のユーザーが参加し、10名の外部講師のご講演をはじめ、弊社技術員からの最新情報の技術提供のほか、ポスター発表や装置展示をさせていただきました。

### 【2012 EPMA・表面分析ユーザーズミーティング】

【弊社演題名】

- EPMAの定量分析におけるコーティング補正の検討
- 新しい波長分散形軟X線発光分光器を搭載したEPMAによる元素分析および元素の状態分析
- EPMA分析の留意点 -試料作製の観点から-
- XPSにおける広領域分析の有効性 -微小領域分析の落とし穴-
- 使いたくなるAESマッピングの応用分析例



講演会場風景と隣接したポスターおよび装置展示  
ポスター展示:FE EPMAによるイカワの微粒子分析例  
<上記ポスター展示は東北大学 教授 中村智樹先生よりデータのご協力をいただきました。>

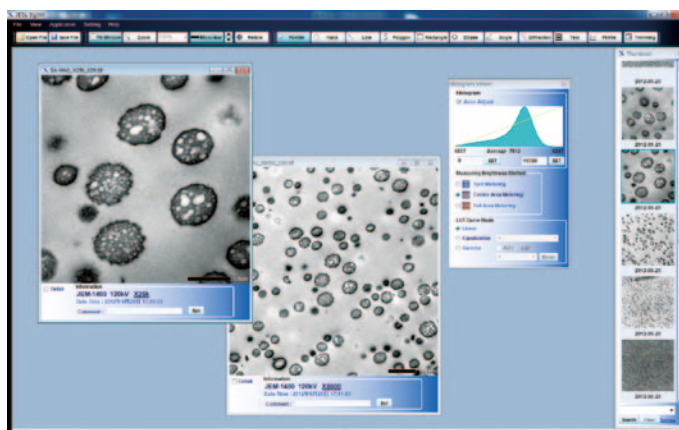
JEM-1400Plus は、生物分野からポリマー、ナノテクノロジー、最先端材料まで幅広い分野でお使いいただけるように開発した透過電子顕微鏡(TEM)です。TEM操作に最適化された新しい環境を提供いたします。

### 特長

- シンプルなオペレーションを可能にした、新パネルとタッチパネルスクリーン
- TEMにフルインテグレートされた高画素カメラ( 8M Pixelsカメラ)
- 撮影した画像を別のパソコンで閲覧・編集 ができる、オフラインViewerソフト「SightX Viewer」
- オートフォーカス、オート露光、オートモニタージュなど、多彩なオート機能
- 低倍結像レンズ系を強化することにより、最低倍率×10を実現し、メッシュ像全体を観察・取得可能

### その他の機能

- 測長ツール
- 画像ファイルサムネイル表示
- Point & Shoot
- ドリフト補正付き積算



オフラインViewerソフト「SightX Viewer」



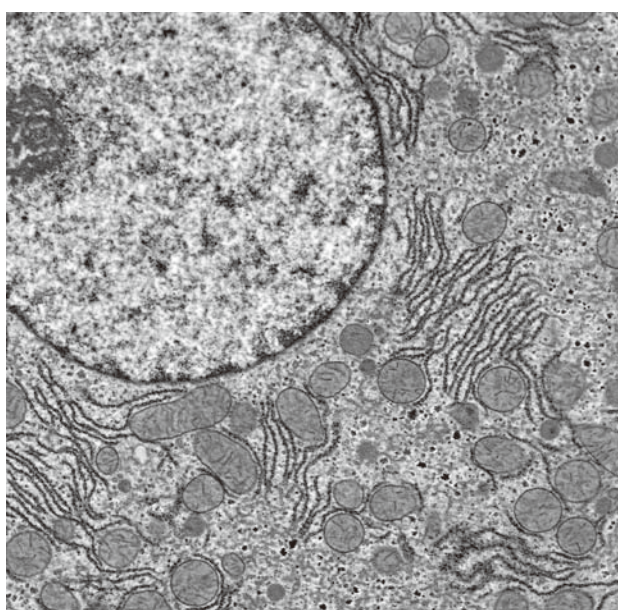
# 探しからデータ取得まで・・・

## 顕微鏡 JEM-1400Plus

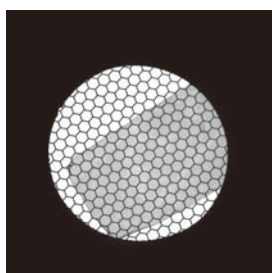
JEM-1400Plus は、極低倍率モード(最低倍率  $\times 10$ )からMAGモード(最高倍率  $\times 1.2\text{ M}$ )まで1台のカメラで観察可能です。そのため、視野探しのためにカメラを切り替える必要はありません。さらにオートモンタージュ機能(標準搭載)を使えば、高画質・広視野の画像を簡単に取得できます。CCDカメラは8M pixels カメラ(高画素カメラ)と1M pixelsカメラのどちらかをお選びいただけます。

### インテリジェントパネル

高性能でシンプルなデザインのオペレーションパネルを開発しました。豊かな色彩を表示できる有機ELファンクションボタンにより、ボタンに割り当てられている機能が見やすく分りやすくなっています。また、ボタンは約50種類が用意されており、ボタンの機能をカスタマイズすることが可能です。



CCD カメラ像 (2k $\times$ 2k pixels)



10 倍の CCD カメラ像



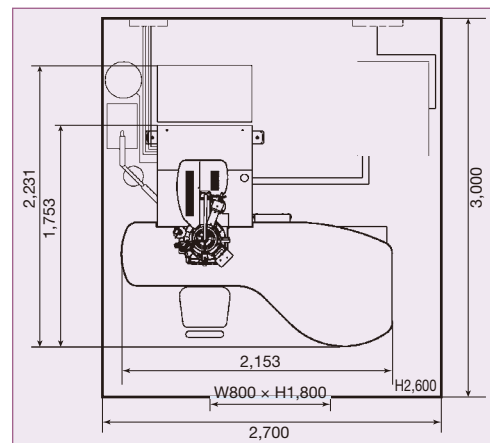
試料：ラットの肝細胞  
試料ご提供：浜松医科大学 村中祥悟先生

### 主な仕様

バージョン <sup>*1</sup>	ハイコントラスト(HC) 構成		STEM (ST) 構成	
	TEM	TEM	TEM	STEM <sup>*2</sup>
分解能	0.38 nm			2.0 nm
粒子像	0.2 nm			
格子像				
STEM 明視野像 (Edge to edge)				
加速電圧	40, 60, 80, 100, 120 kV			
最小可変量	33 V			
倍率			$\times 5,000 \sim 2,000,000$	
MAG モード	$\times 200 \sim 1,200,000$			
LOW MAG モード	$\times 10 \sim 1,000$		$\times 120 \sim 4,000$	
SA MAG モード	$\times 2,000 \sim 300,000$			
試料傾斜角	$\pm 70^\circ$ (高傾斜試料ホルダー) / $\pm 25^\circ$ (標準ホルダー)			
Tilt-X	$\pm 9^\circ$ (STH ホルダー使用)			
Tilt-Y				

※1 機種発注時にいずれかの構成を選択してください。  
 ※2 走査像観察装置(オプション)が必要です。  
 ※ 外観・仕様は改良のため予告なく変更することがあります。

### 設置室例



JMS-S3000は、独自のSpiralTOF型イオン光学系を搭載したMALDI-TOFMSです。  
世界最高質量分解能を誇るSpiralTOFが新たなマスイメージングの世界を描きます。

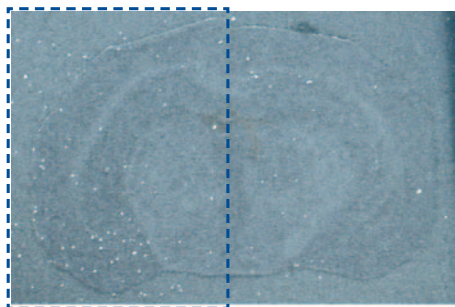
### 高質量分解能マスイメージング測定

マスイメージング測定では、試料表面上でレーザー照射位置を走査し、マススペクトルを順次得ます。  
このデータを解析することで、特定化合物の試料表面上の局在情報を可視化することができます。  
本データは、大阪大学大学院理学研究科との共同研究により得られたものです。



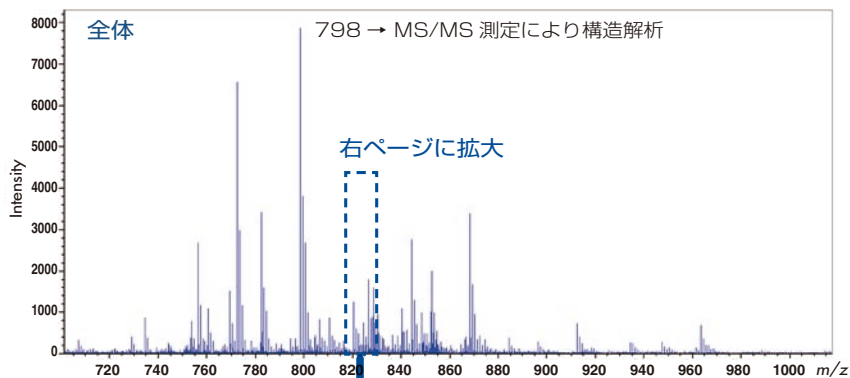
#### マウスの脳切片(スキャナイメージ)

マトリックスとしてDHBを噴霧後のスキャナイメージです。  
左半分についてマスイメージング測定を行いました。



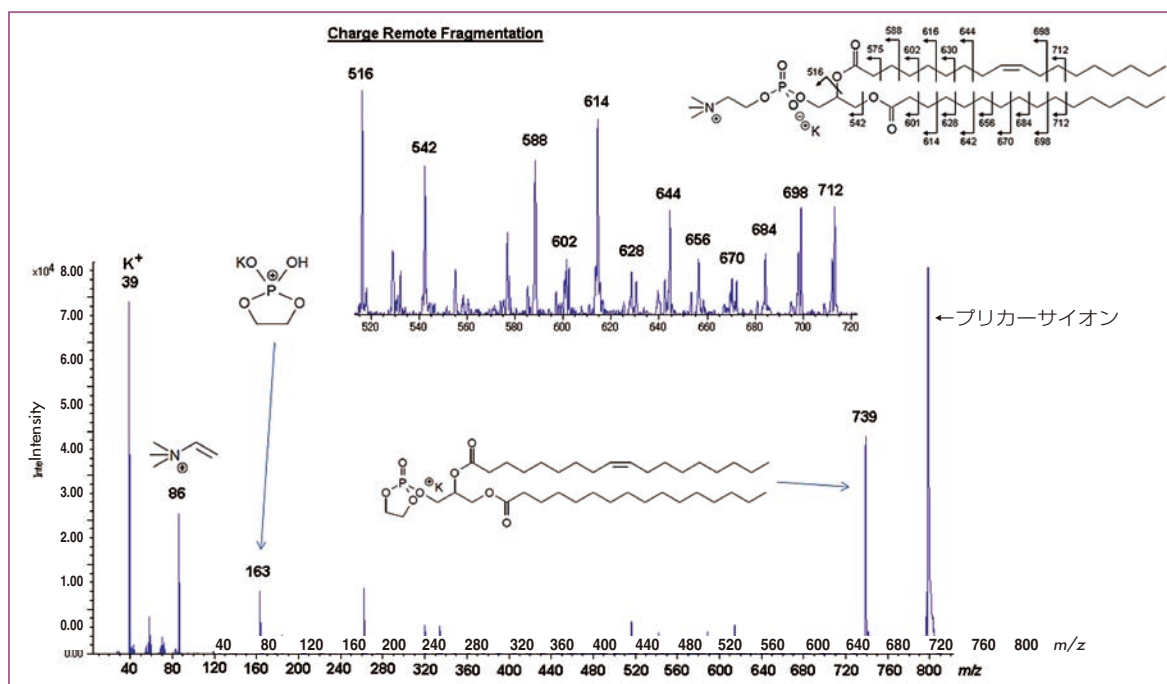
#### 平均マススペクトル

様々な種類の脂質が観測されます



### 試料表面の化合物の構造解析

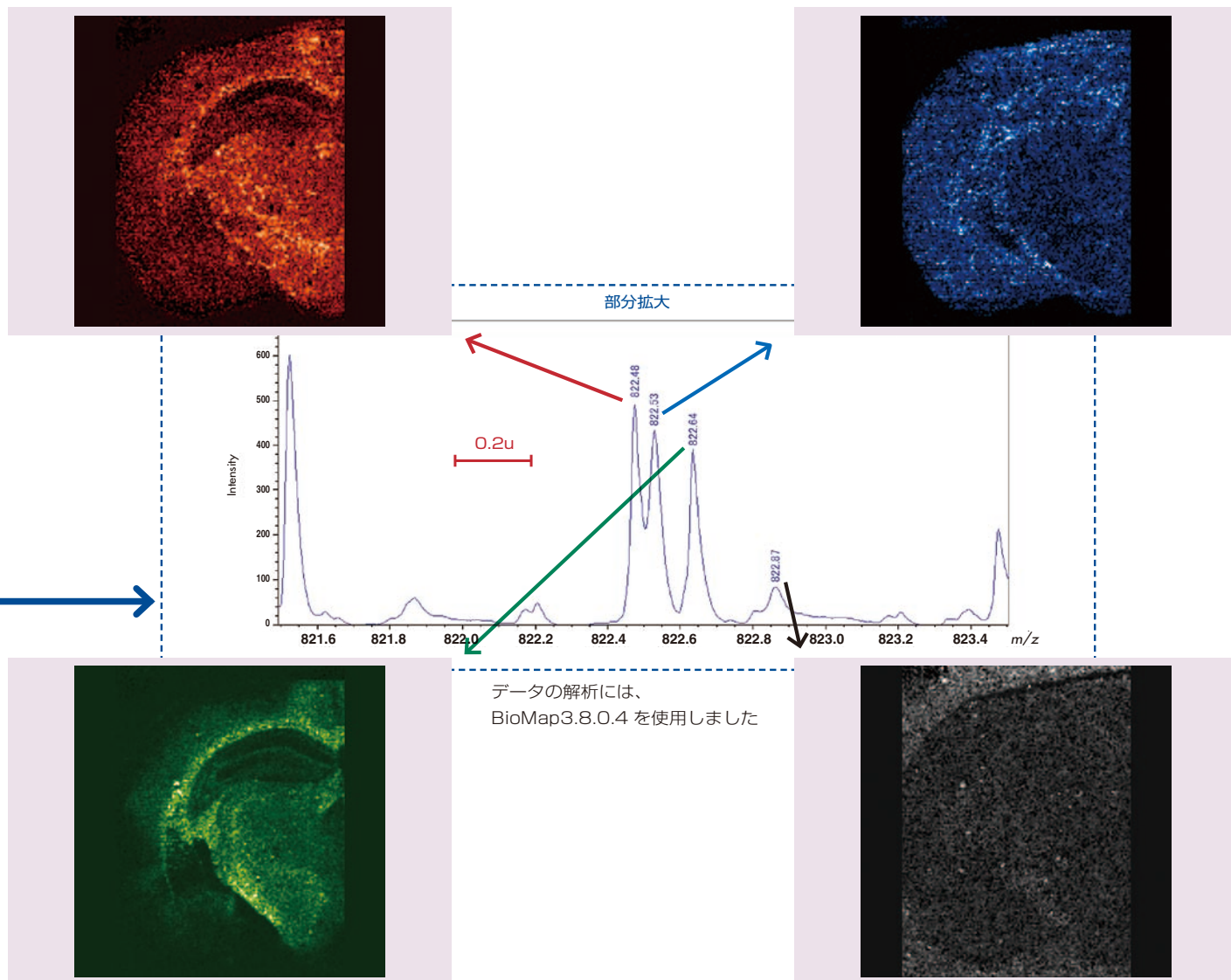
TOF-TOFオプションにより組織切片上の化合物も高エネルギー衝突誘起解離法により構造解析が可能になります。  
( $m/z$ 798をフォスファチジルコリン(34:1)と同定した例)



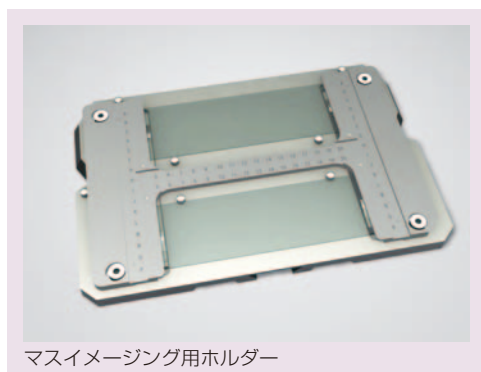
# によるマスイメージング

## MALDI-TOFMS システム JMS-S3000 SpiralTOF

JMS-S3000 “SpiralTOF”は、独自技術を採用した高い質量分解能により 0.1u の違いも分離可能です。これにより、従来リフレクトロン型MALDI-TOFMSでは困難だった、化合物の正確な局在情報を得ることができます。



型 式	名 称	備 考
JMS-S3000	MALDI-TOFMSシステム	
MS-56530MSI	マスイメージング測定支援プログラム	
MS-56520HLC	高速レーザー制御プログラム	オプションです。測定スループットが向上します。保守契約とあわせてご検討ください。
MS-50610TT	TOF-TOFオプション	オプションです。MS/MS測定が可能となります。
MS-50620LNR	リニアTOFオプション	オプションです。高分子量イオンの測定が可能となります。
	マスイメージング用ホルダー	ITOスライドガラス使用時に必要です。厚さ0.7mmのものを2枚同時に装着可能です。
	ITO スライドガラス	厚さ0.7 mmのものを使用下さい



## はじめに

現在、使用いただいております弊社製品を、今後もより快適に、そして、手軽に、最新の機能を付加してご活用していただくため、今回、さまざまなサポート製品を紹介いたします。

『グレードアップ』とは和製英語であり、本来は『アップグレード』と表現するのが正しいと思います。

しかしながら、あえて『グレードアップ』と表現させていただいた背景には、単純で小規模なソフトウェアなどのアップグレード製品のご紹介はもちろん、更なる快適な研究空間、検査空間で、日常業務を行っていただきたいという願いからです。

お客様の周辺環境をワンランク上の快適環境にチェンジすることを主眼に、まとめました。

## 1) リニューアル走査電子顕微鏡 JSM-T20/JSM-T100

走査電子顕微鏡JSM-T20/JSM-T100をリニューアルにより、図1に示す様なデジタル走査電子顕微鏡 (SEM) に一新することができます。

鏡筒、ステージ、検出器は、再利用 (リサイクル) し、パーソナルコンピュータ (PC) 化により画像保存などをデジタル化し、フィルムなしで写真撮影を可能にしました。また、排気系を油拡散ポンプ (DP) からターボ分子ポンプ (TMP) に変更した結果、冷却水 (水道水) が不要となります。また、JSM-T20/T100の利点である試料装填方式は、従来のままドロアウト型を継承しています。



図1 JSM-T20リニューアルの外観

## 2) リニューアルEDS

■対応機種: JEDシリーズ全て対応 (JED-2100/2140/2200など)

今までのEDS (エネルギー分散型X線分光) 検出器は、Si (Li) 素子を液体窒素で冷却することが必要でした。しかし、最近ではSDD (シリコンリフトディテクタ) 素子という液体窒素による冷却が不要な素子を用いたEDS検出器が普及しはじめました。

このSDD検出器 (図2上) を弊社の旧型装置 (JED-2100/ JED-2140/ JED-2200など) に装着し、リニューアルすることで装置の高性能化を行うことができます。

今までの様な液体窒素補給のわずらわしさから解放され、手軽に元素分析ができます。

さらに、SDDを用いたEDS検出器は高計数率モードの分解能が飛躍的に向上しました。旧型EDS検出器では、図2下に示すようにFWHM≒200eV (Mn分解能) が、最高でしたが、SDDを用いたEDS検出器ではFWHM≒140eV (Mn分解能) になりました。また、グレードアップは段階的に行うことも可能で、少しずつ最新の装置の仕様に近づけたりすることも可能です。

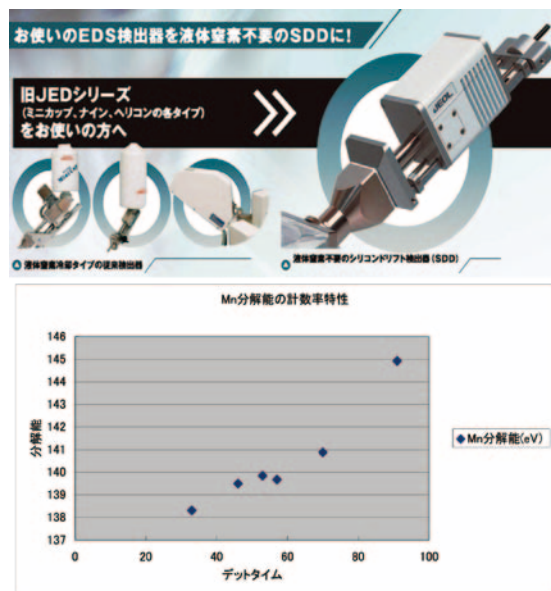


図2 時定数2 $\mu$ s (高計数率モード) でのMn分解能計数率特性

## 3) iPadを利用した近接場のリモートコントロール

■対応機種: JSM-7001F/7100F/7600F/7500F/7800Fほか

これは操作中の走査電子顕微鏡 (SEM) のGUI (グラフィックユーザーインターフェース) 表示を、アップル社のiPadに表示させるものです。

iPadを室内で持ち歩き、他分析機器データと図3に示すように、比較したりすることが可能です。SEMの簡単な操作であればiPadの機能を利用して可能です。最大3台まで接続できますのでSEMのライブ画像を数人でシェアしながら、議論や簡易的な会議も行えます。

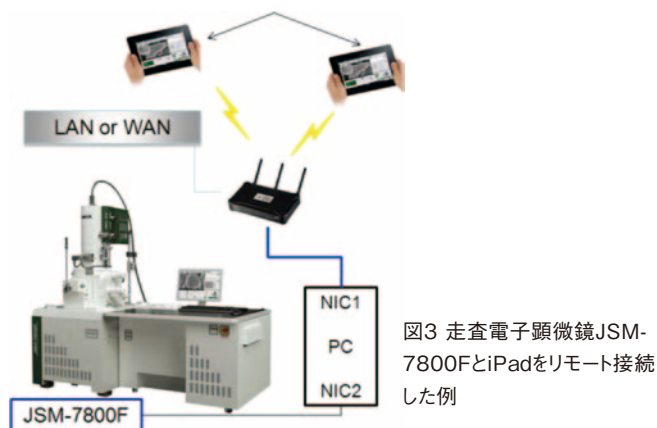


図3 走査電子顕微鏡JSM-7800FとiPadをリモート接続した例

## 4) リモートサポート (遠隔保守支援ネットワークサービス)

■対応機種: JSM-7001F、JSM-7100F、JSM-7600F、JSM-7500F、JSM-7800Fほか

リモート (遠隔) サポートの紹介です。図4に示すように、インターネットを介して、すでにお客様に納入されたSEMの遠隔支援サービスを提供することができます。インターネットに接続する環境をご用意していただくことで接続が可能となります。



# プによる製品サポートのご紹介

## 子顕微鏡 JSM シリーズ

現在、大変ご好評いただいております。メンテナンス時間の短縮やサービス品質向上に役立っています。

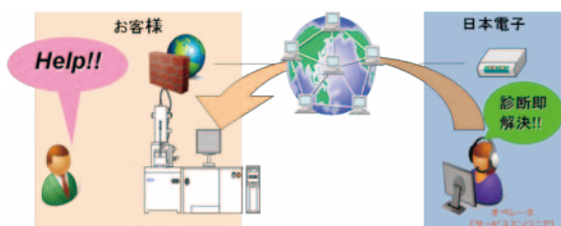


図4 遠隔保守支援ネットワークサービス

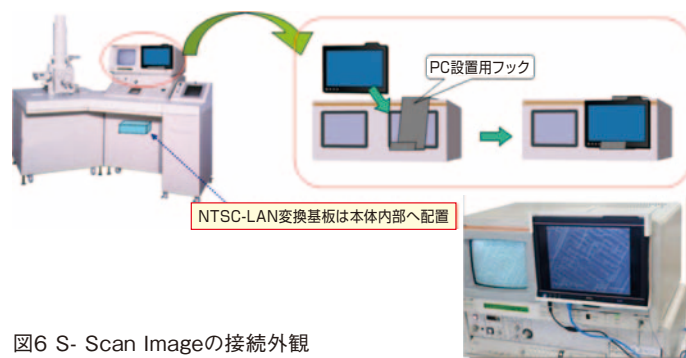


図6 S- Scan Imageの接続外観

### 5) X scan Image Viewer

■対応機種:JSM-6100、JSM-6300F、JSM-6301、JSM-6320F、JSM-6400、JSM-6400F、JSM-820、JSM-840、JSM-840A、JXA-840A、JXA-8600、JXA-8621、JXA-8800、JXA-8801、JXA-8900

本装置は、SEMの画像データのPCによる表示・収集(電子ファイル化)、観察モニターの操作性の向上を目的に開発しました。本装置はSEMの操作に追従し、図5に示すようにPCのモニター上でリアルタイムでの画像表示・画像収集が行えます。また、アプリケーションのレンピ機能で用意された外部同期信号による画像表示・収集も可能になりました。

また、保存した画像をサムネイル表示して、複数のフォルダからの読み込みも行えます。本ウィンドウ上で各画像の輝度調整、フィルタ処理、画像演算処理、計測、フォーマット変換、テキスト編集などの処理が行えます。

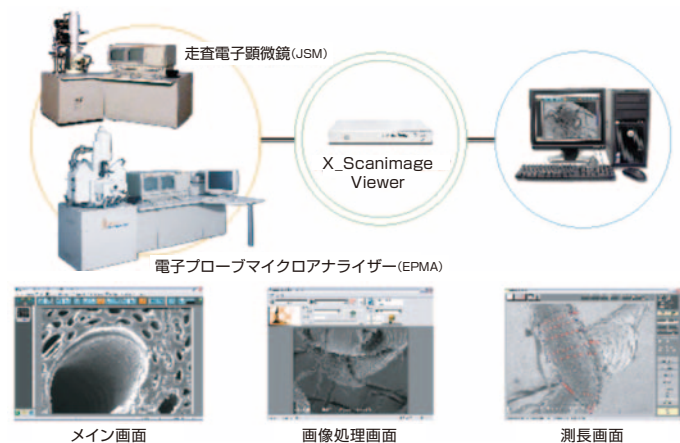


図5 X\_Scan Image Viewerの画像

### 6) S-scan Image

■対応機種:JSM-5300、JSM-5310、JSM-5400、JSM-5410

(\*FISが装着されている装置限定)

X-scan Image Viewerと同様なコンセプトで開発された走査電子顕微鏡JSM-5000シリーズに特化したモデルです。

PCを使用していないSEMのビデオ出力をPCに取り込み、図6に示すように画像を表示・収集します。ただし、解像度は640×480ピクセルのみ。FISが装着されている装置に限定されます。

### 7) PCアップグレード(Windows7化)

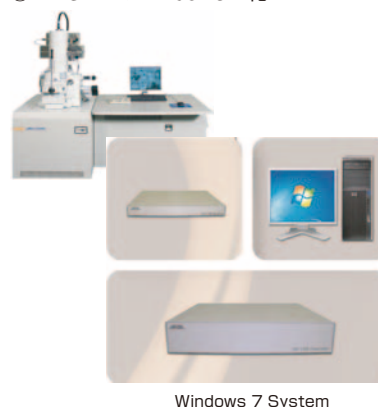
■対応機種:JSM-6335F、JSM-6500F、JSM-6700F、JSM-7000F、JSM-7400F、JSM-7401F、JSM-5500、JSM-5510、JSM-5600、JSM-5610、JSM-6060、JSM-6360、JSM-6460

SEMを制御するPC・SEM 制御ソフトウェア・画像制御ユニット・ステージ制御ユニットをWindows NT/2000 仕様からWindows 7 仕様に更新します。装置を最新の環境でご使用していただくためにPCおよび各ユニットのアップグレードをお勧めします。

OSの信頼性の向上により、装置およびアプリケーションをより安定した状態でご使用いただけます。

DVDメディアなどを使用して、スピーディに大容量のデータバックアップが可能になります。

○FE-SEMのWindows 7化



Windows 7 System

○PC-SEMのWindows 7化



### おわりに

今回、さまざまなソリューション製品をご紹介させていただきました。これらは、JEOL装置をご購入いただいた後々も、製品のグレードアップなどを行うことで、より最新の製品に近いバージョンに対応していただき末永くJEOL製品をご使用いただくことを主眼においております。

また、旧製品のグレードアップなどのご要望、ご質問などがございましたら日本電子(株)データムソリューション事業部 ソリューションビジネス本部までお問い合わせください。ぜひ、JEOL製品を末永くご活用くだされば幸いです。

○お問合せ先:日本電子(株) データムソリューション事業部  
ソリューションビジネス本部 ソリューション営業部  
TEL.042-526-5098 FAX.042-526-5099

前号でLC/MSの移動相溶媒として使用されるアセトニトリル中のアンモニアの存在を評価し、アンモニアが不純物としておよそ1ppm濃度で存在し、これがイオン化に影響を与えていることを証明した。ここでは移動相として使用している超純水の純度に注目し、VOC (Volatile Organic Compounds) やナトリウムイオンなどの不純物成分の存在について紹介する。

LC/MS測定を行うとき超純水作成装置で作成した超純水を用いている。製造メーカーは超純水を用いると、低波長域でUV吸収が抑えられると、その有用性を強調している。実際、これをLC/MSの移動相として使用すると、安心感があり不具合はない。

しかし、水道水中のVOCの分析では超純水は用いられず、市販の天然水で標準溶液を作成している。おそらく超純水を用いると分析対象のVOC成分が出現し分析に支障をきたすからであろう。

それに加えて安心して超純水を移動相として利用するためにLC/MS測定の観点から超純水中のVOC成分とナトリウムイオンに注目した。ナトリウムイオンはLC/MSのイオン化で使用されるESIのイオン化を行うと、たびたび(M+Na)<sup>+</sup>のスペクトルに遭遇する。さらには多量のナトリウムイオンの存在はイオン化に影響を与え感度が低下し、LC/MS測定を行う上で好ましくない成分である。HPLCで使用されているリン酸緩衝液が利用できないのは、目的の試料のイオン化を阻害するからである。移動相溶媒中のイオン化に影響を与える不純物の存在を把握しておくことは必要である。使用している超純水の移動相の適正を評価した。

## 1. 実験

試料として超純水とそれを供給する原水(水道水)を用いた。超純水は超純水作成装置を通して誘電率0.054 $\mu$ S/cm、TOC(総炭素量)4ppbの条件下で作成した。水中のVOCはヘッドスペースGC/MSにて分析し、またナトリウムイオンの存在はODSカラムによるLC/MSにて測定しその存在を評価した。

## 2. S-trap HS-GC/MS

弊社で開発し実用化したS-trap HS-GC/MSシステムを用いてVOC成分を評価した。従来のヘッドスペース技術に、トラップ管による濃縮を組み合わせた手法である。図-1にその模式図を示す。試料の形態は気体、液体、固体で多岐にわたる。水中のVOC分析ばかりでなく、昆虫のフェロモンやかつおぶしの香り分析に適用し、成果をあげている。

試料は22mLのヘッドスペース管に取り、目的の有機物の気化性を増すために、加熱し攪拌している。静置後、ヘッドスペース部を採取する。試料が希薄であれば繰り返してサンプリングを行いトラップ管に濃縮する。サンプリング回数を多くすることにより、濃縮効果はあがる。図-1では3回サンプリングした模式図を示している。本分析では水10mLを取り、68℃で15分間攪拌し、2分間静置後、加圧してトラップ管に12mL(3回の繰り返し回数)を導入し濃縮した。その後、トラップ管を220℃の条件で加熱脱着して、3分間GCに導入して測定した。これらの操作はシーケンスを組み自動化している。このシステムでは50本の検体が測定可能で、効率よく分析している。

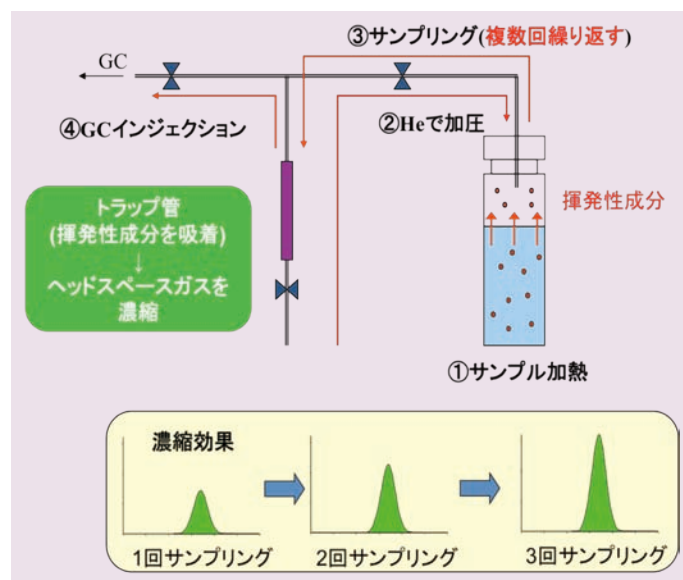


図-1 トラッパーヘッドスペース方式の模式図

装置：S-trap HS-GC/MSシステム

JMS-Q1050GCガスクロマトグラフ質量分析計

カラム：Aquatic 0.32 $\phi$ x60m 液相膜厚1.4 $\mu$ m

流量：2mL/min

カラム温度：35~200℃ 5℃/min

スプリット比：1/5

## 3. 超純水中のVOCのGC/MS測定

超純水と水道水の測定結果を図-2に示す。それぞれトータルイオンクロマトグラムである。超純水の試料では水道水と比べて多くの成分(ピーク番号で記載)が除去されている。

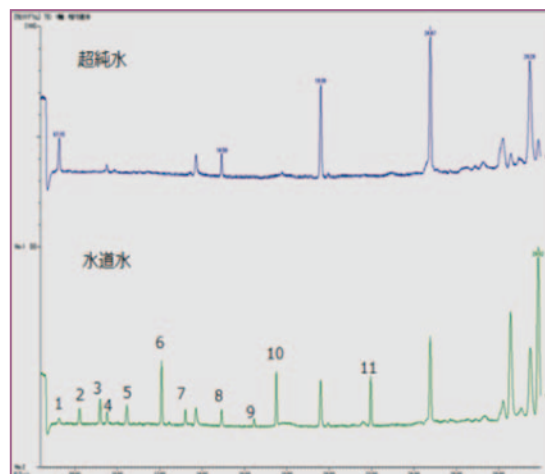


図-2 超純水(上)と水道水(下)のトータルイオンクロマトグラム

# 使用する移動相溶媒の検討

## 相溶媒としての超純水の評価一

水道水で検出された個々のピークのスペクトル解析を行うと、塩素や臭素の典型的な同位体スペクトルを与え、テトラクロロエチレンやブロモホルムなどのVOCの成分であった。分子量を与えない成分もあり、確実に定性を行うためにライブラリー検索を行い解析した。結果を以下に示す。

- |                |               |
|----------------|---------------|
| 1.ジクロロメタン      | 7.ブロモジクロロメタン  |
| 2.1,1-ジクロロエタン  | 8.トルエン        |
| 3.1,2-ジクロロエチレン | 9.テトラクロロエチレン  |
| 4.クロロホルム       | 10.ジブロモクロロメタン |
| 5.四塩化炭素        | 11.トリブロモエタン   |
| 6.トリクロロエチレン    |               |

検出された水道水中のVOC成分の濃度を定量したところ、それぞれ10ppb以下の希薄な濃度であった。水道水と比較し超純水中のVOC成分は未検出であった。

超純水作成装置のTOCは4ppbの設定の条件下で作成しており、水道水で出現したVOC成分は未検出であり、超純水作成装置の性能を支持する結果であった。

今まで、VOC成分の分析では市販の天然水を標準液作成のための溶媒として利用しているが、すぐに作成した新鮮な超純水を用いると問題ないと考える。

### 4. 超純水中のナトリウムイオンの検出

HPLCの移動相としてリン酸やその緩衝液が使用されるが、LC/MSではイオン化が阻害され、使用することは推奨できない。そのため、代わりに酢酸、ギ酸、トリフルオロ酢酸や酢酸アンモニウムの移動相で代用している。その濃度もイオン化に影響を与えない濃度で0.1%以下と制限している。高いイオン化効率を得るためである。

LC/MSの移動相としてパーフルオロ酪酸を使用すると一部のアミノ酸の分離に効果があることを経験している。アミノ基やカルボン酸にパーフルオロ酪酸がイオン対を作りODSカラムで保持されやすくなると考えている。

この移動相をNa<sup>+</sup>の分析に試したところ、Na<sup>+</sup>とK<sup>+</sup>が保持され分離した。その結果を図-3に示す。Na<sup>+</sup>とK<sup>+</sup>の質量23.98と38.98の精密質量値で作成したマスクロマトグラムである。Na<sup>+</sup>とK<sup>+</sup>は完全に分離していないが、わずかながら保持時間が異なり判定できる。

装置：JMS-T100LP:LC-TOFMS  
カラム：ODS-3 内径4φ 長さ10cm  
移動相：0.05% パーフルオロ酪酸  
流量：0.4mL/min  
イオン化：ESI  
オリフィス電圧：15V

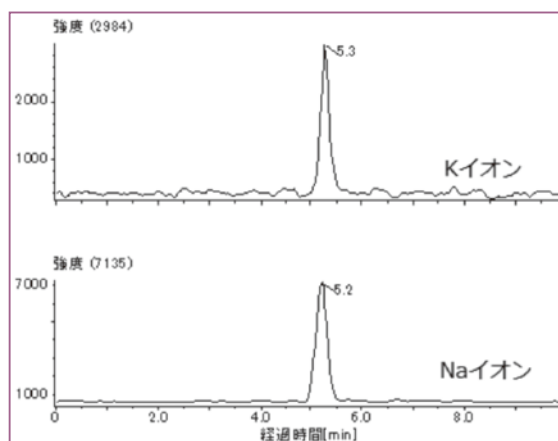


図-3 Na<sup>+</sup>とK<sup>+</sup>の分離

このクロマト条件下で、超純水と原水中のNa<sup>+</sup>濃度を調べた。その結果を図-4に示す。標準溶液はNaIを超純水に溶解し、20ppmに濃度を調整した。この標準溶液の濃度から水道水のNa<sup>+</sup>濃度を定量した。試算すると60ppmの濃度であった。意外と少ない濃度であった。超純水を評価するとその1/4以下の濃度であった。十分に脱塩されていることがわかった。

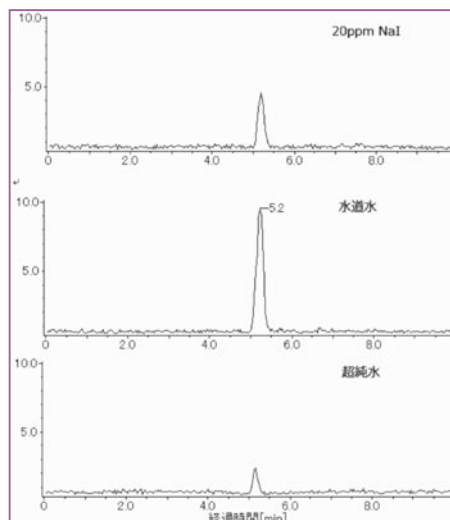


図-4 超純水と水道水中のNa<sup>+</sup>の評価

### おわりに

超純水はLC/MSの移動相として使用している。この分析の結果から、有機物は完全に除去されており、またイオン化に影響を与えるナトリウムイオンも抑えられていることが判明した。超純水は水道水から作成しており、有機物やイオン化に影響を与えるNa<sup>+</sup>の存在を懸念していたが、これからはより安心して使用できる。

LC/MSの分析の観点からNa<sup>+</sup>やK<sup>+</sup>の分析にODSカラムを用いて分離検出することができた。従来、イオン交換クロマトグラフィーで測定されていたが、それに代わってODSカラムを用いたLC/MSを用いてパーフルオロ酪酸の移動相条件下でこのようなカチオン種の分析に展開できる。

# 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)1011標準	2日	TEMの基礎知識と操作技術				
	(2)1400標準	2日	基本操作技術の習得	15~16			
	(3)2100F標準	3日	基本操作講習		5~7		
TEM 応用	(1)生物試料固定包埋	1日	生物試料の固定包埋法と実習	12			
	(2)ウルトラマイクローム	2日	マイクロームの切削技法と実習	13~14			
	(3)IS試料作製	2日	ISによる各種薄膜試料作製				
SEM 基本	(1)走査電子顕微鏡入門	1日	SEMの基本原理・操作実習			25	
	(2)6700F FE-SEM標準	3日	FE-SEMの基本操作		12~14		13~15
	(3)7000F TFE-SEM標準	3日	TFE-SEMの基本操作	14~16		23~25	
	(4)6510/6610SEM標準	3日	JSM-6510/6610 SEM基本操作	6~8	5~7	15~17	6~8
	(5)LV-SEM標準	1日	LV-SEM基本操作	9		18	
	(6)EDS分析標準	2日	JED-2300EDS基本操作	29~30	20~21	28~29	27~28
	(7)CP試料作製*	2日	CPIによる断面試料作製技法と実習	27~28	18~19	30~31	25~26
FIB 基本	(1)JIB-4000標準 <sup>New</sup>	2日	FIBの基本操作				
	(2)JIB-4501標準 <sup>New</sup>	3日	SEM/FIBの基本とJIB-45シリーズの操作				
	(3)JIB-4601F標準 <sup>New</sup>	3日	SEM/FIBの基本とJIB-46シリーズの操作		10~12		
	(4)TEM用試料作製 <sup>New</sup>	2日	FIBによるTEM用試料作成と試料ピックアップの過程				19~20
EPMA 基本	(1)EPMA入門	4日	EPMAの原理・基本操作実習		11~14		
	(2)定性分析標準	4日	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	10/30~2			5~8
	(3)定量分析標準	2日	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作	5~6			12~13
	(4)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	7~8			14~15

\*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	初級	(1)NMRビギナーズ*	1日	NMR装置の基礎知識の整理					
		(2)構造解析初級*	1日	1D/2D解析の基礎知識の整理					
	Ver.4 基本	(3)溶液NMR基本 1st*	2日	1D/2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)		5~6		5~6	
		(4)溶液NMR基本 2nd*	1日	位相検出2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)		7		7	
		(5)固体NMR	2日	固体NMR測定の基本操作				27~28 <sup>※</sup>	
		(6)TOCSY(1D&2D)*	1日	TOCSY測定の操作と注意点					
		(7)NOESY(1D&2D)	1日	NOE測定の操作と注意点				15 <sup>※</sup>	
		(8)拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点		19			
		(9)多核NMR	2日	多核測定のための知識と基本操作				29~30 <sup>※</sup>	
		(10)メンテナンス*	1日	日常の装置管理についての解説と実習				20	
		Ver.5 基本	(1)qNMR	1日	qNMRの概要・測定操作	28			
			(2)溶液NMR基本 1st*	2日	1D/2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)	13~14		16~17	
	Ver.5 応用	(1)位相検出2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)	1日	位相検出2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)	15		18		
		(4)固体NMR	2日	固体NMR測定の基本操作				27~28 <sup>※</sup>	
		(15)TOCSY(1D&2D)*	1日	TOCSY測定の操作と注意点					
		(16)NOESY(1D&2D)	1日	NOE測定の操作と注意点				15 <sup>※</sup>	
		(17)拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点		20			
		(18)多核NMR	2日	多核測定のための知識と基本操作				29~30 <sup>※</sup>	
		(19)メンテナンス*	1日	日常の装置管理についての解説と実習				22	
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		13~14			
	(2)T100GC(Vin7)基本	2日	T100GCの基礎解説と基本操作(WinXP)						
	(3)T100GC(Vin7)基本	1日	T100GCの基礎解説と基本操作(Win7)						
	(4)Q1000GCMkII基本	2日	MSの基礎解説と定性・定量測定	7~8		23~24			
	(5)Q1000GC(K9)基本	2日	MSの基礎とK9の定性・定量測定		19~20				
	(6)Q1050GC基本 <sup>*New</sup>	2日	QMSの概要理解と基本操作				20~21		
	(7)GC/MSビギナーズ	1日	GC/MSの基礎知識		13				
応用	(1)Escrime基礎	1日	Escrimeの基本操作						
	(2)Escrime応用	1日	Escrimeの応用操作						
	(3)ヘッドスペースStrap	1日	H.S.法によるVOC分析	9			7		

●「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。  
 ●\*印は新設コースです。  
 ※応用コースと個体NMR基本コースは、2013年からDelta Ver.4とVer.5の講習を合同で行います。

### 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>

8月からのNMR講習会のお申し込みは、(株)JEOL RESONANCE (ジオール・レゾナンス)にての受付となります。

(株)JEOL RESONANCE アプリケーションサポートチーム  
 TEL 042-542-2241 Email [jri-training@j-resonance.com](mailto:jri-training@j-resonance.com)  
 開催場所(日本電子(株)本社・昭島製作所)に変更はありません。

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 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**  
 2012年10月発行 No. 093  
 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](mailto: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

#### サービスサポート：

東京(042)528-3211・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.datum.jeol.co.jp>

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