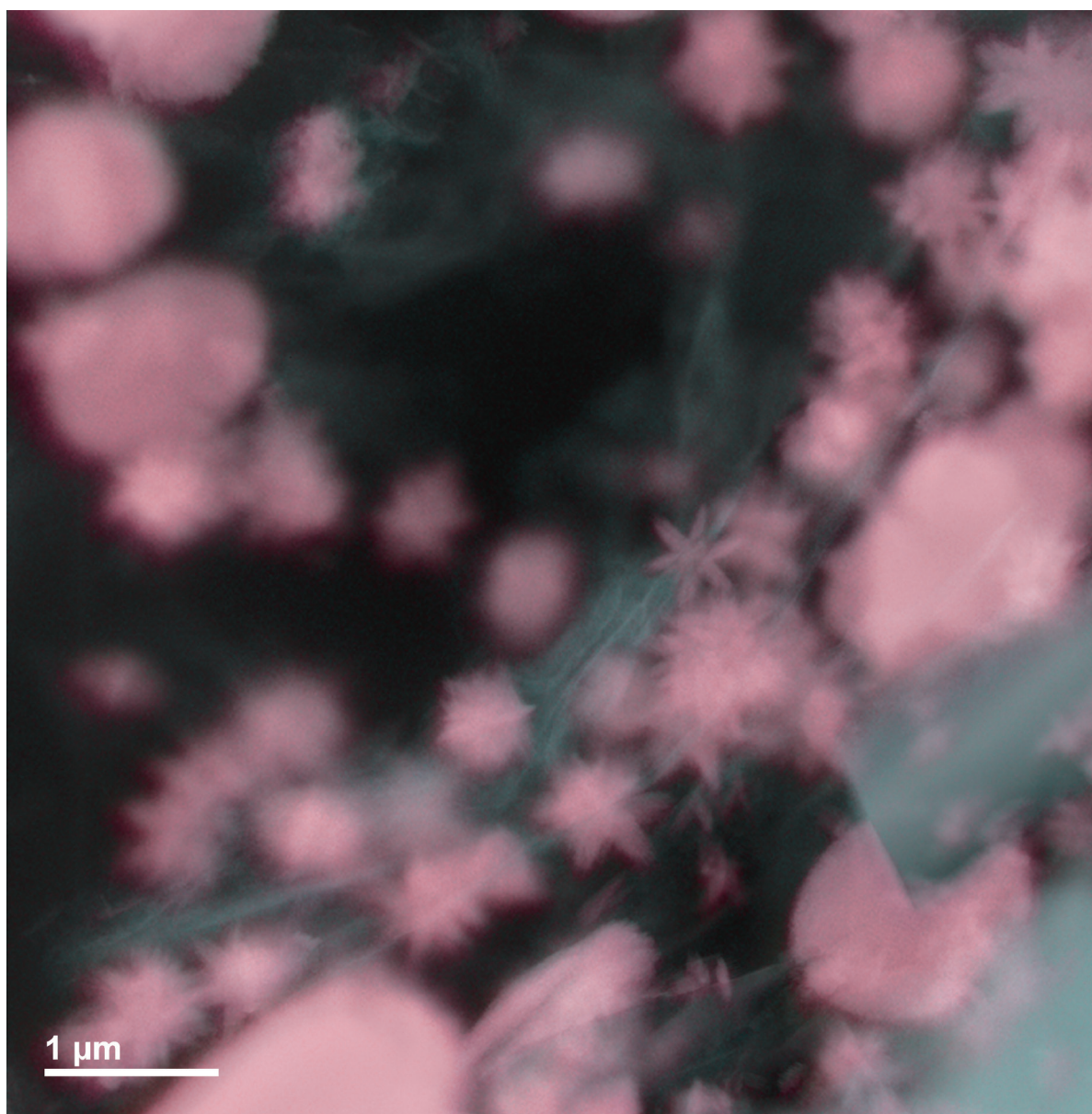


# SOLUTIONS NEWS

No. 107

- トピックス ■ JEOL INFORMATION ■ 製品紹介 ・多重周回飛行時間質量分析計 JMS-MT3010HRGA (INFITOF)
- 技術情報 ・電子顕微鏡によるクライオ抽出レプリカ法の粒度分布解析への応用 ■ 講習会スケジュール



Fe/O  
Si/O

# 「第7回国際二次電池展 ～バッテリージャパン～」 出展のご報告



3月2日～4日、東京ビッグサイト西展示棟にて「第7回国際二次電池展～バッテリージャパン～」が開催され昨年に続き出展しました。市場へのメッセージとして、『JEOL's Technology』をキーワードとして『リチウムイオン電池の劣化解析』のYOKOGUSHIアプリケーション提案と卓上走査電子顕微鏡Neo Scope JCM-6000Plus、新製品である多重周回飛行時間質量分析計JMS-MT3010HRGAの実機デモを行いました。当社ブースには、300名ほどの国内外のお客様が来場され、大変有益なコミュニケーションの場となりました。

出展社総数は1430社(昨年1513社)で、海外は30カ国(485社)の出展となり、特に韓国/台湾/中国を中心に出展が多数ありました。当社ブースは、2小間の中で、2機種の実機展示とJEM-ARM200F ACCELARM、JEM-F200、JIB-4610F、SS-

94000SXES、JSM-7800FPRIME、個体NMR、TP-40020NPS、JSX-1000S、YOKOGUSHI(LIBアプリ電池劣化)、受託分析のパネルを展示し、集客を図りました。『JCM-6000Plus』は、どの展示会でも同じであるが評価は高く、ご来場のお客様には大変興味をいただき、この市場のすそ野の広さを感じました。また、JMS-MT3010HRGA(INFITOF)は、高分解能リアルタイムモニタリングとして多くの質問が有り、最新の電池発生ガス分析手法として、高い関心と評価を頂きました。パネル展示の装置の中では、IEのTP-40020NPSに大勢の中国の方のご来場があり、ナノ粒子製造装置であるためか、期待値が高いように感じました。

来期は、「劣化解析」という具体的なキーワードのように、さらなるデータの蓄積とともに、水素・燃料電池展にもブースを確保し、JMS-MT3010HRGAの積極展開を図りたく思います。

## 表紙: サongo礁

試料は、イオンスライサで作製したSiO<sub>2</sub>膜の周りに集まった鉄鉱物微粒子です。EDS (JEOL-SDD) を用いて、鉄鉱物とSiO<sub>2</sub>膜の元素マッピングを行いました。水の流れのように見えるSiO<sub>2</sub>膜、その上に散らばるサongo(鉄鉱物微粒子)を上手く捉えることができました。

撮影試料: 鉄鉱物微粒子  
装置: JEM-2100F (TEM/STEM)

## クロスセクションポリリッシャ 今だけお得な、年間保守契約のご案内

日頃のご愛顧大変ありがとうございます。日本電子株式会社製クロスセクションポリリッシャお買い上げの皆様へ年間保守契約特別キャンペーンのお知らせです。

キャンペーン期間:

**2016年4月1日～2017年3月31日**

対象機種

▶ IB-19500CP ▶ IB-19510CP ▶ IB-19520CCP

1. 年間保守契約を特別キャンペーン割引価格でご提供します。
2. 特別キャンペーンの特典として、初回、遮蔽板5枚をお贈りします。
3. イオンソースとペニングゲージを1セット契約期間中は、専用ケースに収納しお客様の元へご用意します。



詳細は、日本電子株式会社  
フィールドソリューション事業部 ソリューションビジネス部  
TEL:042-526-5095 までご連絡ください。  
または、最寄りの各支店にお願いします。

## セミナー開催のご案内

### SEM/EDSセミナー

走査電子顕微鏡を使い始めて間もない方やEDSでの分析をはじめられたばかりの方などを中心に、初級者の方から装置をある程度使われている方を対象とした座学形式のセミナーです。セミナーでは、「SEM入門」と「EDS入門」の二つに関して講演いたします。SEM入門では、日頃SEMを使っているなかで、問題点をどのように解決していくか、様々な事例を紹介しながら具体的に説明いたします。また、EDS入門では、正しい分析をするためにはどのようなことに注意して操作、分析を行ったらいのか等のポイントを中心に説明いたします。内容は汎用走査電子顕微鏡からフィールドエミッション走査電子顕微鏡をお使いの方までを対象にした内容です。

#### 【大阪会場】

と き：2016年5月26日(木)

と ころ：新梅田研修センター  
(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])

定 員：80名

#### 【名古屋会場】※定員となりました。

と き：2016年5月27日(金)

と ころ：名古屋国際センタービル 3F 第二研修室  
(名古屋駅から徒歩7分)

定 員：20名

#### 【福岡会場】

と き：2016年6月6日(月)

と ころ：福岡朝日ビル 地下1階 会議室  
(JR博多駅[博多口]徒歩2分)

定 員：30名

#### 【仙台会場】

と き：2016年6月24日(金)

と ころ：TKP仙台カンファレンスセンター  
(JR仙台駅西口より徒歩3分または市営地下鉄南北線仙台駅徒歩5分)

定 員：30名

#### 【東京会場】※15日は定員となりました。

と き：2016年7月13日(水)・14日(木)・15日(金)

と ころ：日本電子株式会社 東京支店18階  
東京都千代田区大手町2-1-1 大手町野村ビル18階(JR東京駅丸の内北口より徒歩5分・東京メトロ東西線大手町駅B2a出口直ぐ)

定 員：30名

参加費：10,800円(消費税込み)\*

\*保守契約に加入されているお客様は、無料での参加の特典がございます。

### SEM/EDSセミナーのお問合せ先

日本電子株式会社フィールドソリューション事業部  
ソリューションビジネス部 山本 修裕(やまもとのぶひろ)

TEL:042-526-5095/5098 FAX:042-526-5099

ホームページ(<http://www.jeol.co.jp>)にて、セミナー日程を掲載しております。

※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。

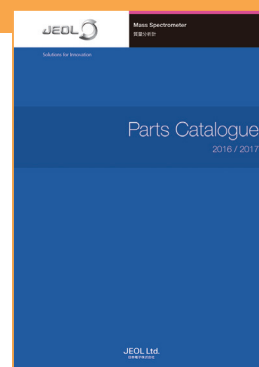
## パーツカタログのご案内

前号にお知らせしました作製中のパーツカタログ核磁気共鳴装置・質量分析計と、イオンスライサーも完成いたしました。  
ご希望のお客様にカタログをお送りいたします。是非この機会にご利用ください。

### カタログ請求先

総合コールセンター

TEL:0120-134-788 FAX:0120-734-788

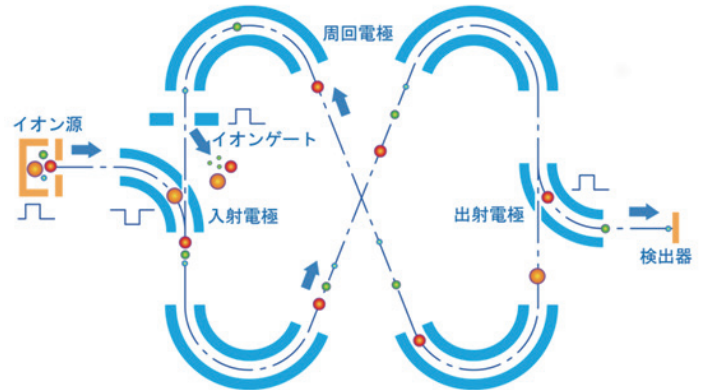


Multi-turn\*1、Perfect focusing\*2 技術を利用し、コンパクトでありながら高質量分解能を実現した飛行時間型質量分析計です。

直接ガス導入を目的として開発され、リアルタイムモニタリング分析のために必要な質量安定性、及び精密質量測定による組成推定機能を持つガス分析用高分解能質量分析計です。

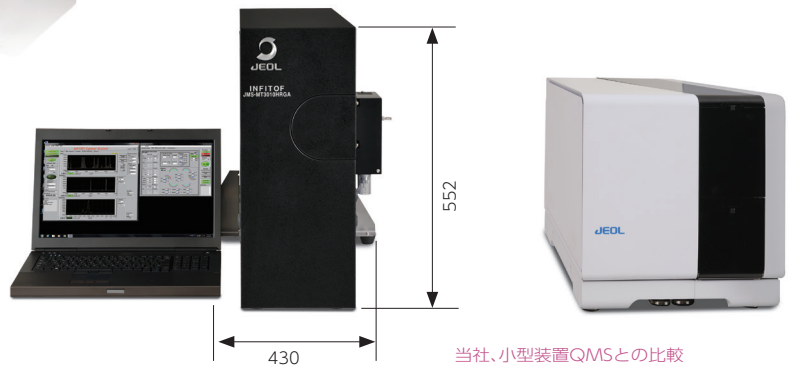
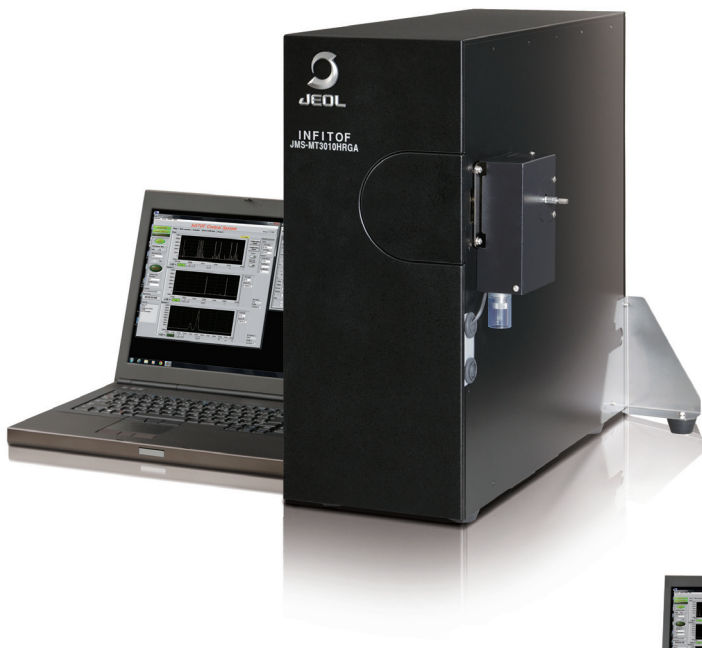
## 最新のイオン多重周回技術

JMS-MT3010HRGAは最新のイオン多重周回技術により、僅か20 cm四方の分析部で最長約200 mのイオン飛行距離を可能にしました。



## In-situ「その場」分析や高分解能モニタリングが可能です

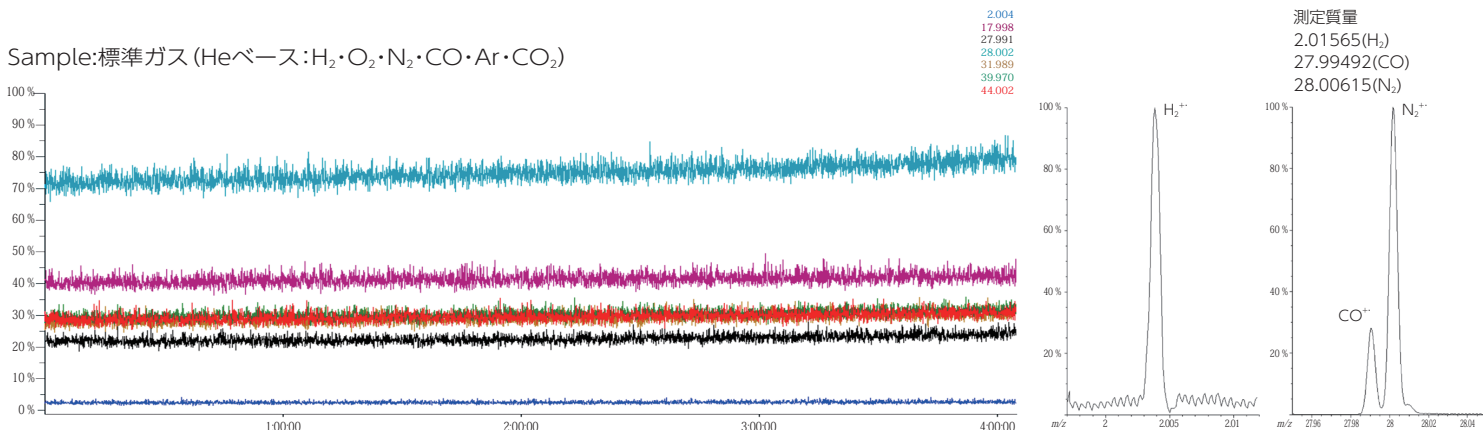
JMS-MT3010HRGAはデスクトップPC並みの大きさで重さも40 kgと軽量であり、容易に移動や設置ができます。例えばドラフトチャンバーやグローブBOX内の実験で発生するガスなど、一般試験室への持ち運びが困難な試料でも、接続を工夫する事でIn-situ「その場」分析や高分解能モニタリングが可能になります。



## 高分解能ガスモニタリング

標準ガス(各10 ppm)を導入し、高質量分解能状態で4時間連続測定した結果です。各成分とも長時間安定した高分解能ガスモニタリングが可能です。

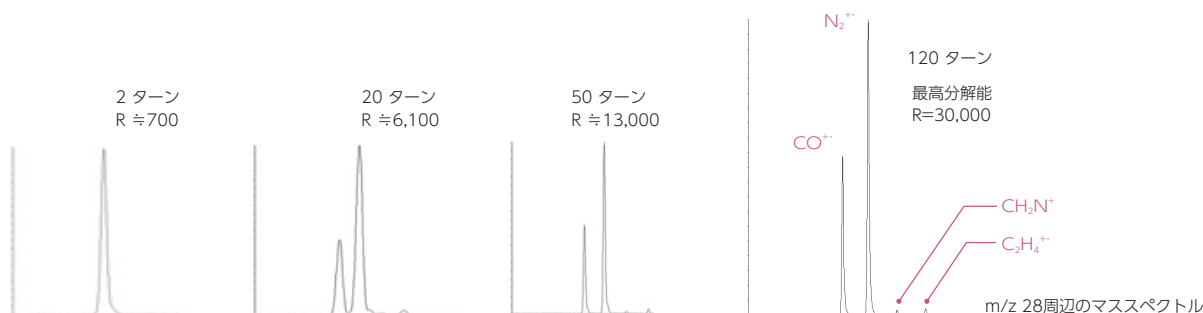
Sample:標準ガス(Heベース:H<sub>2</sub>・O<sub>2</sub>・N<sub>2</sub>・CO・Ar・CO<sub>2</sub>)



# — MULTI-TURN TOFMS JMS-MT3010HRGA (INFITOF)

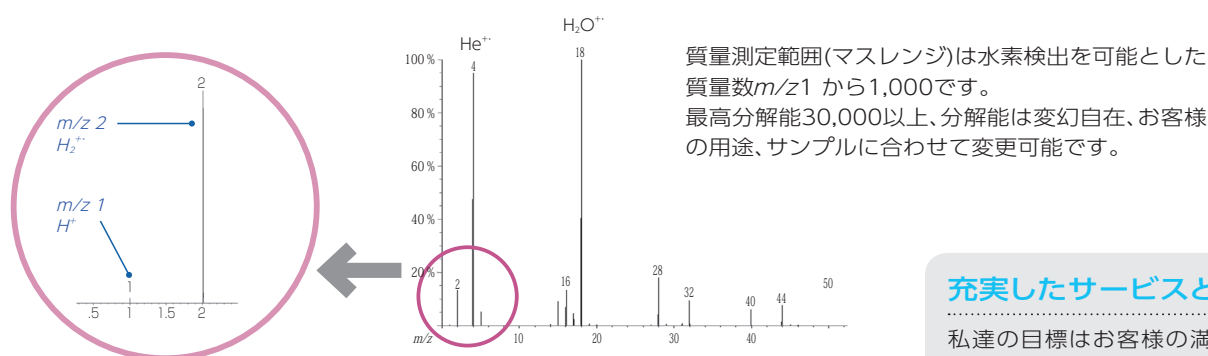
## 高い質量分解能

画期的なイオン多重周回技術によりコンパクト化を図りながら高い質量分解能を実現しており、窒素分子 ( $m/z$  28.0062) のような低い質量領域でも、最高質量分解能:30,000 (FWHM) 以上が可能です。従来の小型機では質量分離が困難だった一酸化炭素 ( $m/z$  27.9949) と窒素分子 ( $m/z$  28.0062)、あるいは、二酸化炭素 ( $m/z$  43.9898) と亜酸化窒素 ( $m/z$  44.0011) などのガス成分が簡単に質量分離できます。さらに、精密質量測定により未知物質の組成演算も可能です。



## 水素イオンも測定できます

JMS-MT3010HRGAは水素分子イオン ( $m/z$  2.0157) だけでなく、水素原子イオン ( $m/z$  1.0078) も測定可能です。水素イオンは、他の元素に比べて非常に軽く高速で飛行するため、飛行時間質量分析計での測定は困難でしたが、安定して測定できるようになりました。電解反応や触媒反応など、さまざまな先端材料研究に威力を発揮します。



## 主な仕様

質量分解能	30,000 (FWHM) $N_2$ ( $m/z$ 28) ピーク幅で算出
質量範囲	$m/z$ 1~1,000
感度	大気中 $^{38}Ar$ S/N $\geq$ 10 (キャピラリーチューブを用いた直接導入)
質量安定性	質量変動 $\leq$ 100 ppm / 時間
質量精度	3 mDa (内部標準法) / 5 mDa (外部標準法)
データ収集速度	最高 2 GS / 秒
スペクトル記録速度	最高 20 スペクトル / 秒
本体寸法/重量	430 mm (幅) $\times$ 625 mm (奥行) $\times$ 552 mm (高さ) / 40 kg (本体幅には転倒防止用補助足の長さを含みます)

## 充実したサービスとサポート

私達の目標はお客様の満足です。日本電子は、お客様にご満足いただくため、堅牢な高性能質量分析計を世に送り出してきました。同時に、装置の稼働率を最大限に保つため、日本国内に10箇所のサービスステーションと本社に技術グループを設け、熟練したメンバーを配員、装置の保守を含め、幅広く技術的なサポートを行っています。また、世界的には、20箇所の日本電子直販会社、さらにサービスステーションを設け、ワールドワイドにお客様の満足度向上に努めています。

さらに、装置をお使いいただく上で必要となる、質量分析の基礎、操作、また保守の講習を、オンサイトもしくは、本社において受講することが可能です。

日本電子は、未長く装置をお使いいただくために、今後も、技術情報の提供、迅速で質の高い修理・保守および消耗品供給を心がけて参ります。

\* 1 Multi-turn time-of-flight mass spectrometers with electrostatic sectors : Toyoda, D. Okumura, M. Ishihara and I. Katakuse, J. Mass Spectrom., 38, 1125-1142, 2003

\* 2 Perfect space and time focusing ion optics for multiturn time of flight mass spectrometers : M. Ishihara, M. Toyoda and T. Matsuo, Int. J. Mass Spectrom., 197,179-189, 2000

## はじめに

近年、微粒子合成技術の発展に伴い、医薬品・色材・触媒・化学工業材料など様々な分野において微粒子を分散させた製品が作られている。この微粒子の粒子径や形状、特に溶液中での分散性などの違いが性能に関係するため、製品の本質的な性質を理解するためには、溶液中での解析が重要である。更に、一般的な微粒子の分散液は、分散安定性を高めるために分散剤が添加されており、溶媒が希釈や濃縮されると分散剤の濃度が変化して本来の特性を損なう場合も多い。そのため、試料の溶媒濃度を変えずにそのまま解析する必要がある。一般的な粒子解析には、レーザー回折法、動的光散乱法、X線小角散乱法などが用いられるが、使用できる溶媒の種類や濃度が限られていることなどから、測定時に溶媒を希釈することが多い。電子顕微鏡による粒子解析は、簡便で高い分解能が得られる分散法

が一般的によく用いられている。しかし、この方法は、試料作製の乾燥過程において微粒子が凝集することが多く、本来の溶液中での分散・凝集状態とは異なってしまう場合がある。

そこで我々は、試料本来の粒度分布を測定する手段として、クライオ抽出レプリカ法を検討した。クライオ抽出レプリカ法は、溶液中の微粒子などを急速凍結によって物理的に固定することにより、本来の溶液中の微粒子の分散状態などを反映した電子顕微鏡用の試料を作製できる手法である。試料溶液は、希釈することなく原液のまま使用可能であり、一次粒子を直接TEM観察することができる。微粒子の分散・凝集状態の解析も可能となる。今回は本法を用い、コロイダルシリカ粒子の溶液中の分散状態、粒度分布解析を試みたので報告する。

## 材料と方法

クライオ抽出レプリカ法と分散法により作製した試料をTEM観察し、粒子解析を行った。試料には、平均粒径100 nmのコロイダルシリカを分散させたコロイド溶液を用いた。

### クライオ抽出レプリカ法の原理

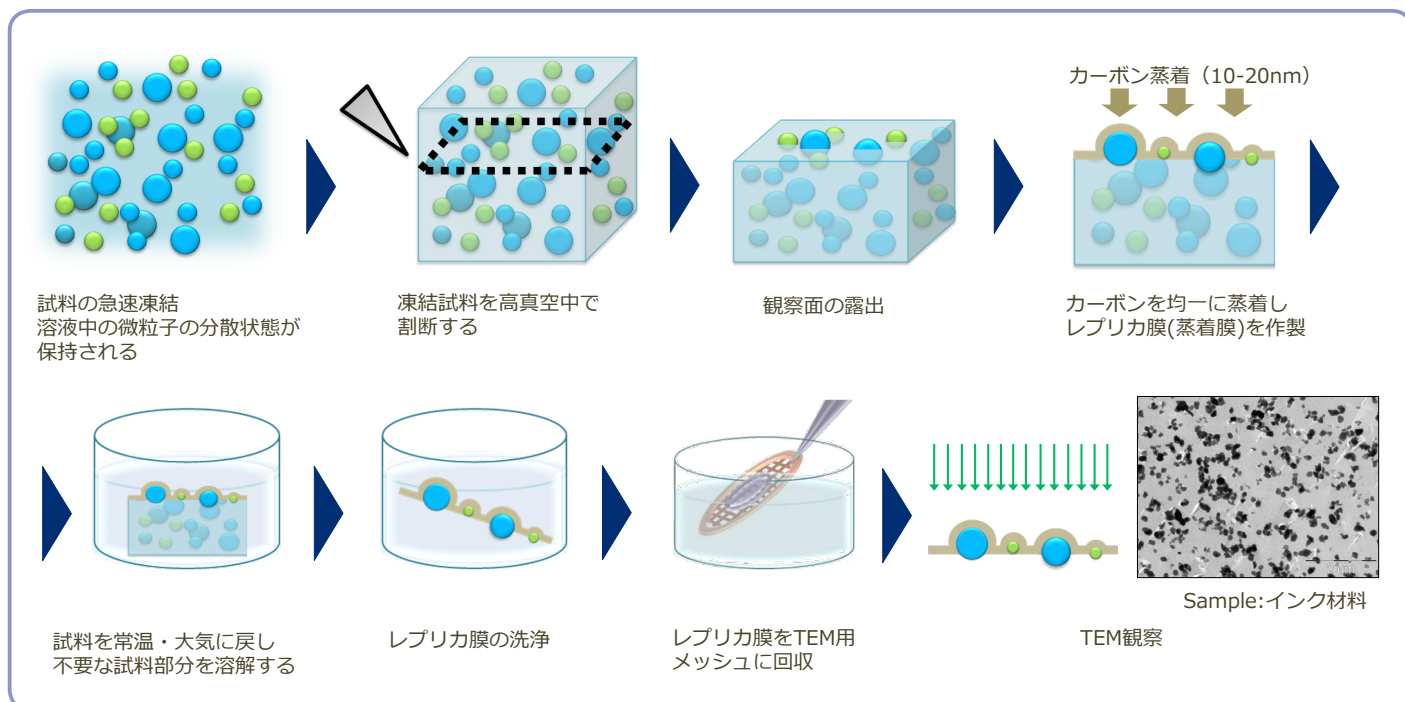
クライオ抽出レプリカ法は、試料を急速凍結することによって、溶液中の微粒子の分散状態を保持したまま、高真空中で切断して得られた切断面にカーボン蒸着し、カーボン蒸着膜（レプリカ膜）を作る。このレプリカ膜を室温に戻して余分な試料及び微粒子を洗浄した後、TEM用メッシュに載せて電子顕微鏡観察を行う。

レプリカ膜には、切断面に存在した粒子のみが抽出されるため、溶液中の粒子の分散状態を直接観察することができ、分析も可能である。

試料の作製には、凍結切断レプリカ作製装置 JFD-Vを用いた。



JFD-V 凍結切断レプリカ作製装置



# レプリカ法の粒度分布解析への応用

## 結果

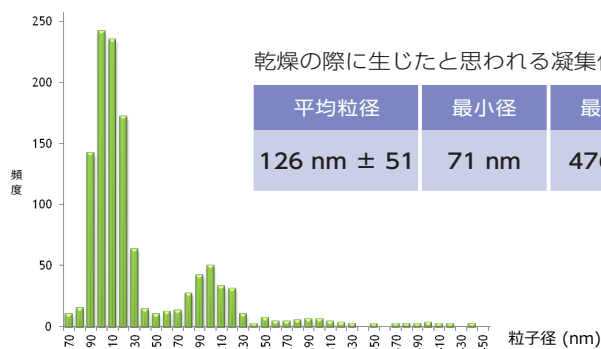
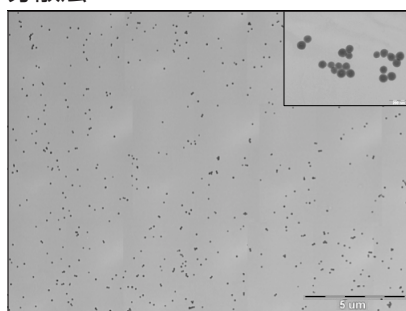
クライオ抽出レプリカ法を用いて、コロイド溶液中のコロイダルシリカ粒子の分散・凝集状態の評価と粒度分布解析を行った。

### コロイダルシリカ粒子の分散・凝集状態の観察と粒度分布

クライオ抽出レプリカ法により作製した試料をTEM観察した。一次粒子を正確に判別するため高い倍率（直接倍率：5000倍）を用い、正確な平均粒径を調べるためには多数の粒子が必要となるので、自動モンタージュ法により広い領域を撮影した（4枚×4枚）。また、

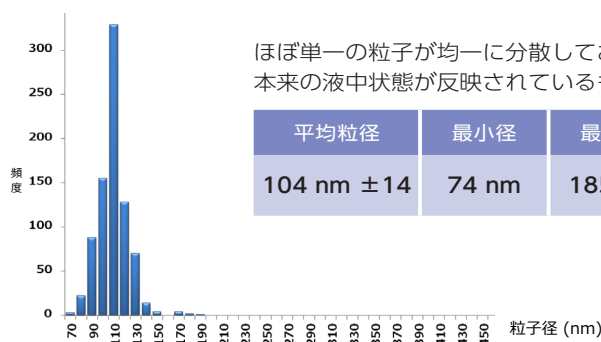
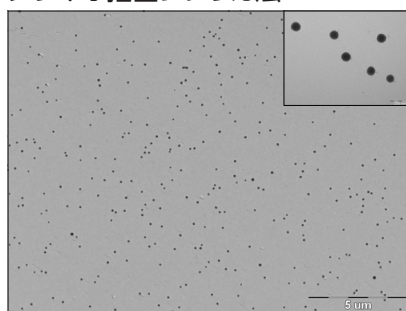
比較のため従来の分散法による試料も作製し、撮影した画像から、それぞれの試料の粒度分布を調べた。観察には、JEM-1400を用い、粒度分布は、画像の2値化(大津の2値化)により粒子を検出し、円近似により算出した。解析は開発中の粒径解析ソフトを用いて行った。

#### 分散法



乾燥の際に生じたと思われる凝集体が観察される。

#### クライオ抽出レプリカ法



ほぼ単一の粒子が均一に分散しており、本来の液中状態が反映されているものと考えられる。

分散法では、粒子径の分布が広く算出された。これは、分散法では試料の乾燥時に数個の粒子が凝集し、隣り合う粒子を一つの粒子として計算されたためと考えられる。クライオ抽出レプリカ法では、粒子径は単一の正規分布が見られた。また、TEM写真からも、単

一粒子が平均して溶液中に分散されている様子が分かった。本手法により溶液内での微粒子の平均粒子径を求めることができ、かつ溶液中での本来の分散状態を観察できたとと言える。

## まとめ

クライオ抽出レプリカ法は、乾燥すると凝集しやすい微粒子を溶液中での分散状態を保持したまま高分解能で観察できる方法である。本研究では、取得したコロイダルシリカ粒子の画像から、粒度分布を求めることができた。本手法は、試料の形状だけでなく、溶液中での本来の分散・凝集状態の情報も得られる評価手法であると考

えられる。本手法を、元素分析と組み合わせることにより、数種類の微粒子が分散した溶液にも適用できると考えられ、様々な分野に応用できるものと思われる。

ご質問・受託分析の  
お問合せ

ご不明な点、ご質問、受託分析のご相談は下記窓口にご連絡ください。弊社受託分析のホームページでも解析事例を掲載しております。是非ご参照ください。

TEL: 042-542-1106 FAX: 042-526-1044

日本電子 受託分析

検索

# 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)フィールド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	① 透過電子顕微鏡入門	半日	TEMの基礎知識	18	21		
	② 1010TEM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	19~20	16~17	14~15	
	④ 2100F標準	3日	基本操作講習	23~25	22~24	20~22	17~19
TEM	① 生物試料固定包埋	1日	生物試料の固定包埋法と実習	16	13	11	
	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	17~18	14~15	12~13	
SEM	① 走査電子顕微鏡入門	半日	SEMの基本原理・操作実習	9			
	② FE-SEM標準	3日	FE-SEMの原理と操作技術を習得	18~20	15~17	13~15	17~19
	③ W-SEM標準	3日	SEMの基本知識・基本操作	10~12	8~10	5~7	8~10
	④ LV-SEM標準	1日	LV-SEM基本操作	13			
	⑤ EDS分析標準	2日	JED-2300EDS基本操作	30~31	28~29	28~29	25~26
	⑥ CP試料作製	2日	CPによる断面試料作製技法と実習	23~24	21~22	26~27	23~24
EPMA	① EPMA短期	4日	EPMAの原理・基本操作実習				
	② 定性分析標準	4日	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	24~27		12~15	
	③ 定量分析標準	2日	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作	30~31			23~24
	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		1~2		25~26

- 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。

### 〈西日本ソリューションセンター開催の定期講習会〉

装置	コース	期間	主な内容	5月	6月	7月	8月
MS	基本 Q1500GC操作(定性)	2日	QMSの概要理解とJMS-Q1500GCの基本操作			13~14	
	応用 Escripe操作(定量)	1日	ヘッドスペースの概要理解と基本操作			15	

場所 | 日本電子(株)西日本ソリューションセンター  
 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5-14-5 ニッセイ新大阪南口ビル1階  
 TEL:06-6305-0121 FAX:06-6305-0105

### ●分析機器

装置	コース	期間	主な内容	5月	6月	7月	8月		
NMR	初級	NMRビギナーズ	1日	NMRの基礎知識の整理	10				
		構造解析初級	1日	1D/2D解析の基礎知識と演習	11				
		定量NMRビギナーズ	半日	定量NMRの基礎知識の整理		1			
	Ver4	基本	溶液NMR基本 1st	2日	1D/2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)	24~25			23~24
			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)	26			25
		応用	固体NMR基本	2日	固体NMR測定の基本操作			7~8	
			拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点	20			
	Ver4&Ver5	基本	メンテナン	1日	日常の装置管理についての解説と実習		14		
			NOESY(1D&2D)	1日	NOE測定の実操作と注意点		21		
		基本	TOCSY(1D&2D)	1日	TOCSY測定の実操作と注意点				10
			多核NMR	2日	多核測定のための知識と基本操作				18~19
	Ver5	基本	qNMR	1日	qNMRの概要・測定操作		2		
溶液NMR基本 1st			2日	1D/2Dの基本操作( <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> C)	17~18	7~8	26~27	30~31	
応用		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)		9			
		固体NMR基本	2日	固体NMR測定の基本操作			12~13		
基本	拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点	13					
	固体緩和&ROSY	1日	固体緩和時間・ROSY測定操作と注意点			20			
Ver5	基本	メンテナン	1日	日常の装置管理についての解説と実習		16			

ご希望に応じた講習会を随時実施いたします。出張講習も可能です。  
 測定相談もお受けしております。お問い合わせください。

装置	コース	期間	主な内容	5月	6月	7月	8月	
MS	基本	Q1050GC基本	2日	QMSの概要理解と基本操作				
		Q1500GC操作(定性)	2日	QMSの概要理解と基本操作		22~23		
	応用	ヘッドスペース(Q1050GC)	1日	ヘッドスペースの概要理解と基本操作				
		Escripe操作(定量)	1日	定量処理ソフト"Escripe"を用いた定量操作の習得		24		

- 初級各コースは座学のための講習で操作実習は行いません。装置に依存しないので、どなたでもご参加いただけます。
- 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  
**日本電子ホームページ/イベント/講習**をご利用ください。  
 ホームページ | <https://m.jeol.co.jp/training>

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)フィールドソリューション事業部** 講習受付まで  
 TEL 042-544-8565 / FAX 042-544-8461  
 開催場所:日本電子(株)・昭島製作所

NMR/ESR講習会のお申し込み、お問い合わせは  
**JEOL RESONANCEホームページ/サポート/NMR講習会**をご利用ください。

TEL 03-6262-3575  
 ホームページ | <https://www.j-resonance.com/support/nmr/schedule/>  
 開催場所:日本電子(株)本社・昭島製作所

**SOLUTIONS NEWS**

2016年4月発行 No. 107  
 編集発行/日本電子(株)フィールド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: 03-6262-3577

**JEOL** 日本電子株式会社

営業戦略本部

〒100-0004 東京都千代田区大手町2-1-1 大手町野村ビル13F TEL(03)6262-3560 FAX(03)6262-3577  
 支店:東京(03)6262-3580・札幌(011)726-9680・仙台(022)222-3324・筑波(029)856-3220・名古屋(052)581-1406  
 大阪(06)6304-3941・広島(082)221-2500・高松(087)821-0053・福岡(092)411-2381

**フィールドソリューション事業部**  
 サービスサポート

〒196-0022 東京都昭島市中神町1156  
 TEL(042)542-1111 FAX(042)546-3352  
 東京(042)526-5098・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

www.jeol.co.jp  
 ISO 9001・ISO 14001認証取得

本社・昭島製作所  
 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2