

Solutions for Innovation

# Polymernote

化学分析装置

NMR / MS / GC-QMS / GC-TOFMS / DART-TOFMS / MALDI-TOFMS

表面分析・形態観察装置

XRF / XPS / SEM / TEM

アプリケーション・接着剤の分析



JEOL solution

# Polymernote

## Characterization of Polymers by JEOL Solutions

高分子（ポリマー）は、食品や医薬品の抱剤や工業材料・製品など、様々な分野で幅広く用いられています。高分子材料の物性や機能性は、素材料である高分子の分子量や分子量分布および各種の分子化学構造（一次構造）、結合の回転角に依存する分子鎖の形態（二次構造）、分子内あるいは分子間の結晶・非結晶（三次構造）さらには、これらの集合体としての球晶構造、相分離構造および配向（高次構造）などに依存します。高分子の構造や特性、両者の相関関係などを解析・評価して、開発や製造にフィードバックすることは、高分子材料や高分子製品の性能向上や品質管理に非常に重要です。一方、日本の産業を支える機能性高分子は、高度化・複雑化が進み、そのキャラクタリゼーションは日々困難になっており、多岐にわたる手法を組み合わせた多層解析の重要性が増しています。本誌は、高分子の分析に利用されている JEOL の装置群およびそのアプリケーションを紹介するものです。

## INDEX



Characterization of Polymers by JEOL Solutions	1
JEOL のポリマー分析技術	2
高分子材料分析あれこれ	3
<b>1. 主な分析装置</b>	
<b>化学分析装置</b>	
1-1. 核磁気共鳴装置 (Nuclear Magnetic Resonance System, NMR)	5
1-2. 質量分析計 (Mass Spectrometer, MS)	7
ガスクロマトグラフ四重極型質量分析計 (Gas Chromatograph Quadrupole Mass Spectrometer, GC-QMS)	7
ガスクロマトグラフ飛行時間型質量分析計 (Gas Chromatograph Time of Flight Mass Spectrometer, GC-TOFMS)	7
アンビエントイオン化飛行時間型質量分析計 (Direct Analysis in Real Time Time-of-Flight Mass Spectrometer, DART-TOFMS)	9
マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計 (Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization Time of Flight Mass Spectrometer, MALDI-TOFMS)	11
<b>表面分析・形態観察装置</b>	
1-3. 蛍光 X 線分析装置 (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF)	13
1-4. 光電子分光装置 (X-ray Photoelectron Spectrometer, XPS)	15
1-5. 走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM)	19
1-6. 透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, TEM)	23
<b>2. アプリケーション 接着剤の分析</b>	
2-1. 接着剤の分類	27
2-2. 日本最古の接着剤 漆の分析	28
2-3. 木工用接着剤の分析	29
2-4. 瞬間接着剤の分析	33
2-5. スチレンブタジエンゴムの分析	34
スチレンブタジエンゴム (SBR) に対する UV 照射の深さ方向分析	37



# JEOLのポリマー分析技術

極低加速電圧での観察により、帯電の影響や試料損傷を抑制して試料最表面の構造観察や微細な凹凸のある試料の観察が可能になりました。



電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM)

塗料、接着剤、および化粧品など、水を含む試料でも、凍結技法を用いることにより、本来の構造を観察できます。薄片化した試料を用いて、試料内部の微細構造を観察します。電子染色により、結晶構造・非結晶構造の観察、ブレンドポリマーの混合状態の解析も可能です。



透過電子顕微鏡 (TEM)



複数のイオン化法における精密質量測定により、ライブラリデータベースに未登録の成分でも、解析が可能です。

(GC-TOFMS)

## 形態観察

## 化学構造解析

質量分析計 (MS)



(MALDI Spiral-TOFMS)

化学構造情報 (分子量、末端基構造、共重合組成等)、平均分子量、分子量分布、共重合組成成分等に関する解析が可能です。

## 化学分析

## 表面・界面分析

## 元素分析



核磁気共鳴装置 (NMR)

溶液試料、固体試料の分子構造等の化学状態の解析が可能です。結晶・非晶状態の違いも得られるため、結晶化度の解析なども可能です。



蛍光 X 線分析装置 (XRF)

液体・粉体・固体試料の平均組成分析が可能です。標準試料を用いないスタンダードレス定量分析 (簡易定量分析) ができます。合成高分子中の添加剤や残留触媒などを非破壊で定性・定量分析ができます。



X 線光電子分光装置 (XPS)

物質極表面の組成や化学結合状態の分析、またイオンスパッタリングと組み合わせることにより、薄膜試料などの深さ方向分析が可能です。

# 高分子材料分析あれこれ



モノマー

重合

ポリマー

## 分子特性解析

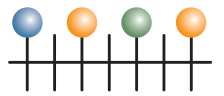
(molecular characterization)

○ 分子量・分子量分布  
(数平均分子量、重量平均分子量など)

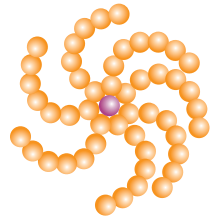
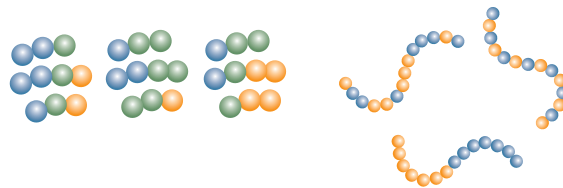
○ 分子構造  
(末端基構造など)



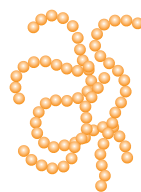
○ 微細構造  
(分岐構造、立体規則性、)



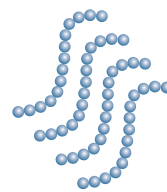
○ 共重合体構造  
(平均化学組成、共重合組成、連鎖構造など)



非晶性樹脂

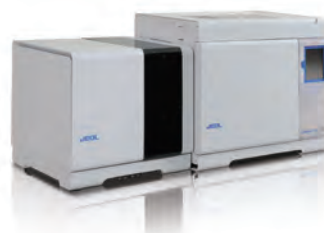
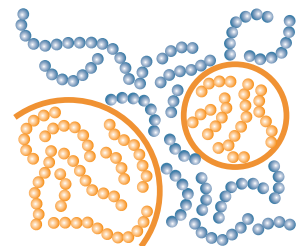


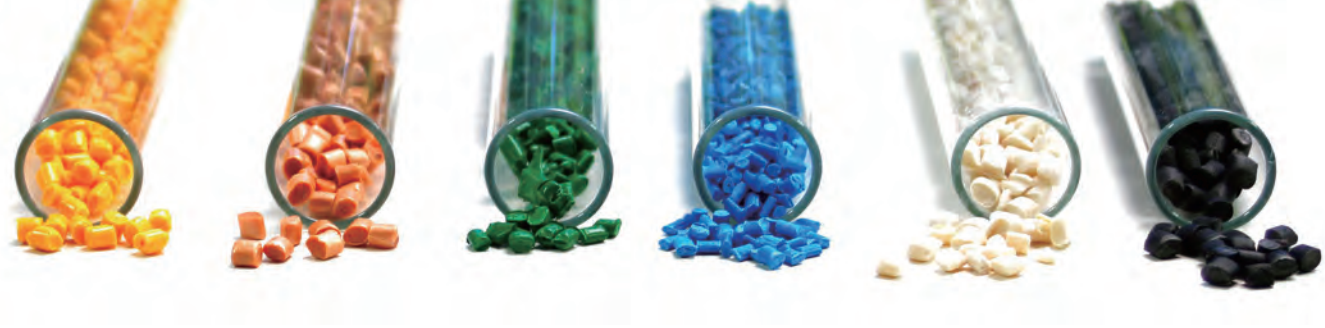
結晶性樹脂



ブレンドポリマー

(相分離)  
(海島構造)





・添加剤  
・他のポリマー

成形材料  
製品

物質特性解析

(material characterization)

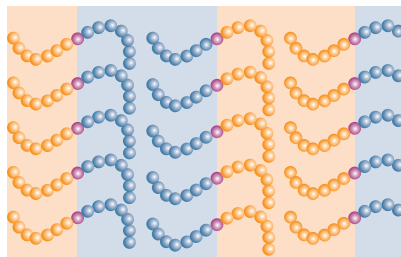
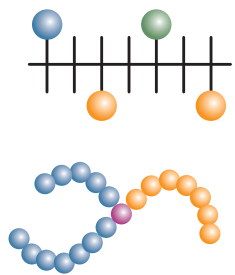
○ 高次構造解析

(結晶構造、配向性、ブレンドの分散状態など)

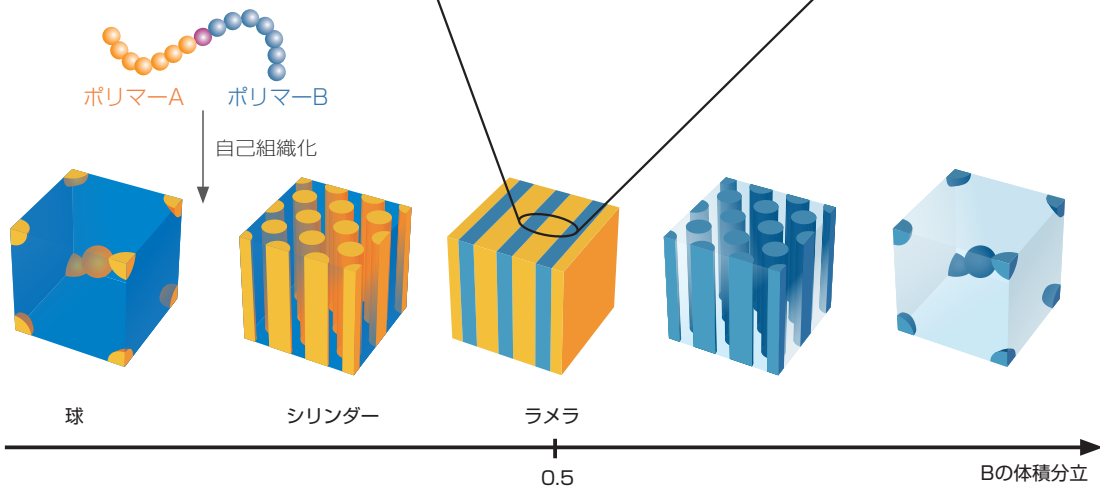
○ 表面・界面・局所分析

(撥水性、接着性、異物分析、化学状態など)

結合様式など)



○ 構成成分の分子運動性



# 1-1 核磁気共鳴装置

## Nuclear Magnetic Resonance System ; NMR

核磁気共鳴（NMR）装置は、静磁場中の試料にラジオ波を照射し、原子核スピンと共鳴させることで原子核周辺の情報を取得する装置です。分子中の各原子核は、分子構造や結晶構造などの環境に応じて電子による磁場遮蔽が異なるため、それぞれの環境に応じてピーク位置（化学シフト値）が異なって観測されます。NMR は非破壊分析手法で、かつ、分子構造、結晶構造、定量分析、分子運動性といった様々な化学情報が得られるため、溶液試料、固体試料問わず、幅広い分野で活用されています。



NMR

### 非破壊分析です

試料を破壊することなく、測定可能です。

### 構造解析が可能です

分子構造解析、結晶構造解析などが可能です。

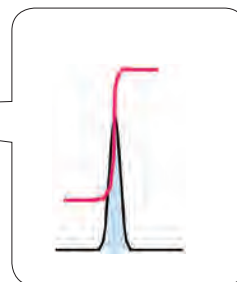
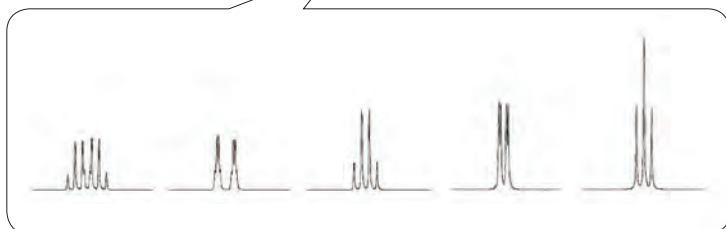
### 定量分析が行えます

ピーク強度から各成分の定量分析が可能です。



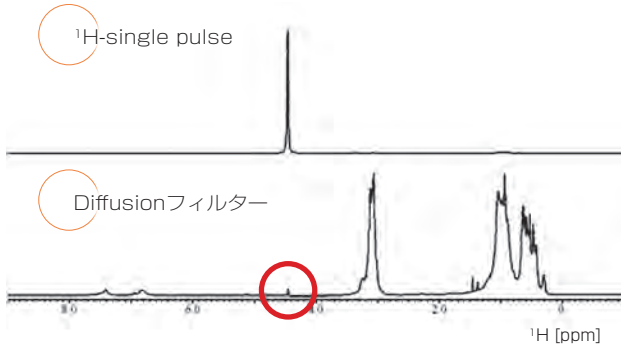
## 特徴 NMR から得られる基本情報

- 信号の位置（横軸）・・・化学シフト（原子核周辺の環境情報）
- 信号の大きさ（縦軸）・・・積分値（成分比）
- 信号の形（分裂）・・・原子核周辺の結合情報

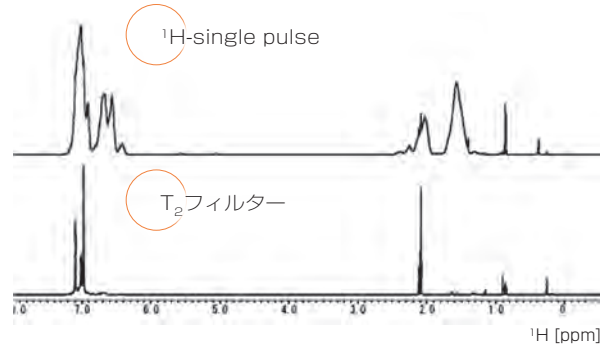


## 分析例 混合物の解析

溶液 NMR は単一成分の試料だけではなく、低分子 / 高分子が混在しているような混合試料でも、混合状態のままそれぞれの成分だけを解析できます（分取作業は必要ありません）。



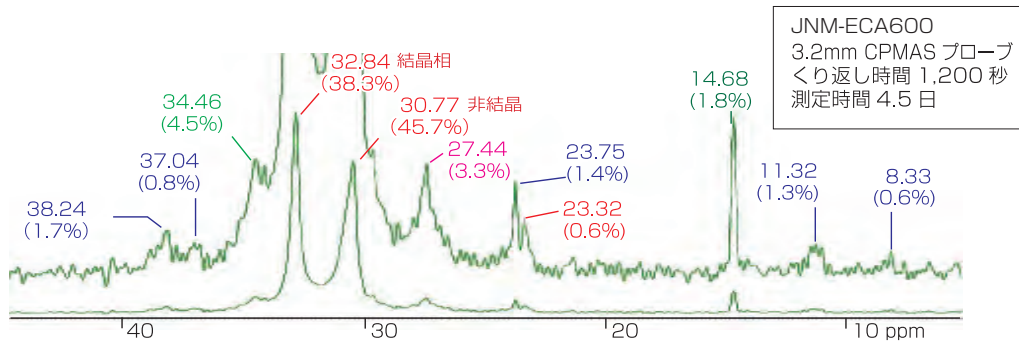
試料：洗剤（原液）  
 上)  $^1\text{H}$ -NMR スペクトル  
 下) 高分子成分のみを選択的に取得  
 ピークが重なっていた成分を残したまま水の信号を除去しました。



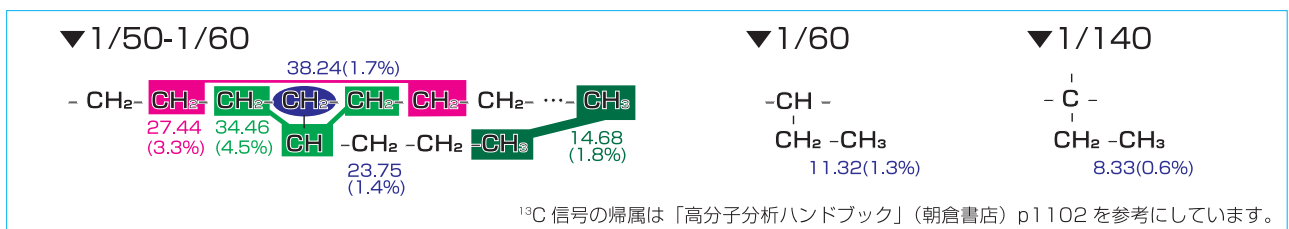
試料：発泡スチロール（重トルエン溶液）  
 上)  $^1\text{H}$ -NMR スペクトル  
 下) 低分子成分のみを選択的に取得  
 高分子成分を除去し低分子成分のみ取得しました。

【参考資料】 JEOL Application Note : NM130004, NM130005.

## 分析例 ポリエチレンの定量分析 - 固体 NMR -



- ・ 32.84 ppm に観測された結晶相の  $\text{CH}_2$  ピーク（強度比 38.3%）と 30.77 ppm に観測された非結晶相の  $\text{CH}_2$  ピーク（強度比 45.7%）の比率から結晶化度 46% が得られました。
- ・ その他の末端成分のピーク強度比から分岐の割合を見積りました。



【参考資料】 JEOL Application Note : NM130011.

# 1-2 質量分析計 Mass Spectrometer: MS

## GC-QMS · TOFMS

ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) は、揮発性化合物をガスクロマトグラフによって分離し質量を測定する分析計です。質量分析計としては四重極型質量分析計 (QMS) が小型で汎用性の高い GC-MS として、多くのアプリケーションで使われています。最近ではより分解能の高い飛行時間質量分析計 (TOFMS) も使われ始めています。様々な前処理装置と組み合わせることにより、気体・液体・固体試料に含まれる成分を分析します。



GC-QMS

GC-TOFMS

### 混合物を分離

気化した成分をガスクロマトグラフで分離します。分離したガス成分を MS で分析します。

### 検出成分の同定

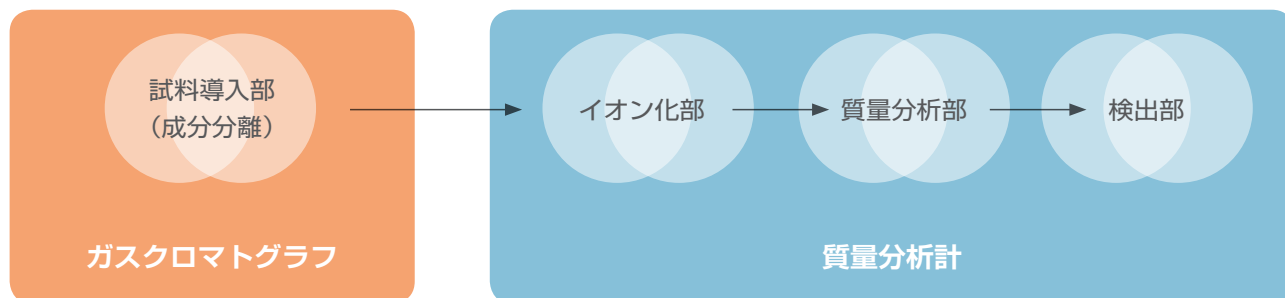
取得した EI マススペクトルをデータベース検索することで、検出した成分の同定を行います。精密質量解析により、検出したイオンの組成式を推定します。(JMS-T200GC のみ)

### 定量分析

標準試料と実試料とのイオンの強度値を比較することで、定量分析します。



## 原理 ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS)



**ガスクロマトグラフ:** 気化した混合成分を、分配クロマトグラフィーの原理に基づき分離します。分離された各成分は順次イオン化部に導入されます。

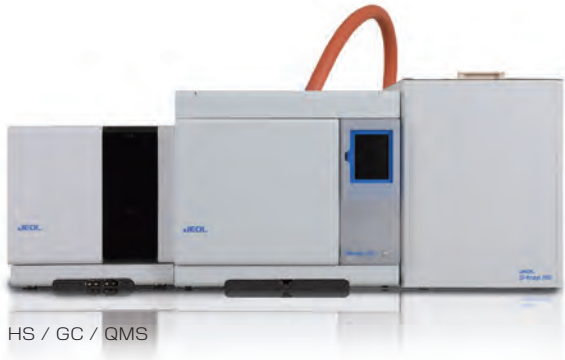
**イオン化部:** ガスクロマトグラフで分離された成分をイオンにします。イオン化法は電子イオン化 (EI) 法をはじめ様々な種類があります。

**質量分析部:** 生成したイオンを質量と電荷数の比 ( $m/z$ ) に応じて分離して検出します。 $m/z$  を横軸、イオンの検出強度を縦軸とするマススペクトルが得られます。



分析例

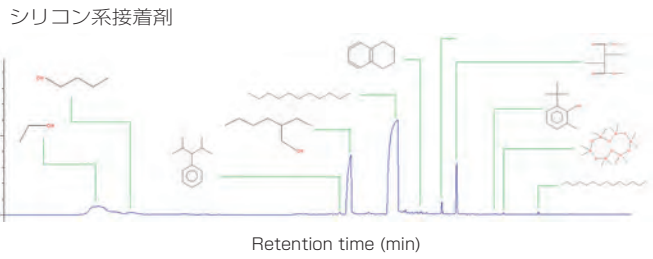
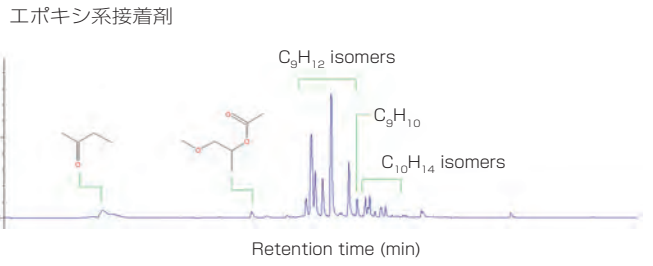
接着剤の定性分析 - HS/GC/QMS 法



ヘッドスペース (HS) 分析システムは、バイアル瓶に封入した測定試料を加熱することで、試料に含まれる揮発性化合物を効率よく発生させる前処理装置です。

接着剤の TIC クロマトグラム

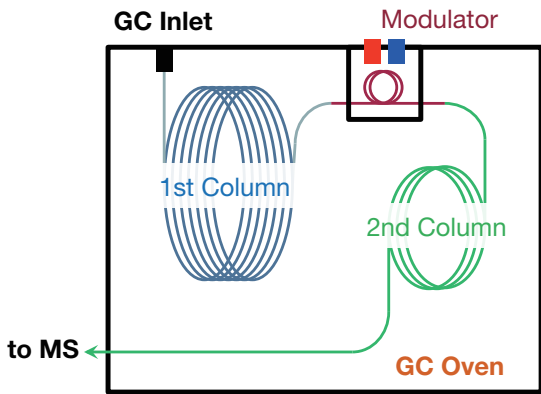
HS/GC/MS 法により、接着剤中の揮発性化合物を迅速に同定できます。



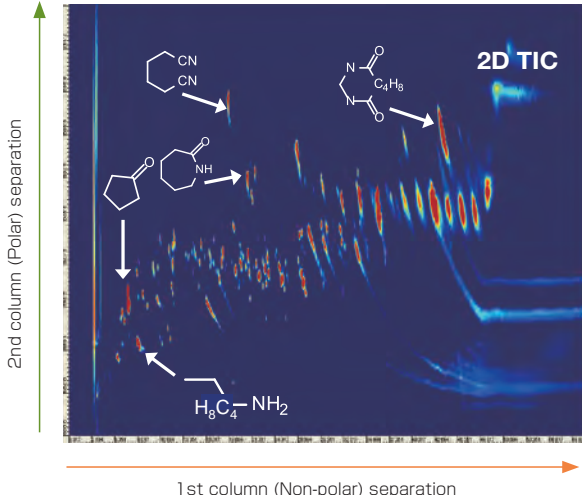
分析例

ナイロン 66 の定性分析 - 熱分解 /GCxGC/TOFMS 法

GCxGC 概要



包括的二次元ガスクロマトグラフ (GCxGC) 法は、分離モードの異なる 2 種類のキャピラリカラムを直列に繋いだカラムを使用します。一度の測定で 2 つの分離モードにおける分析を行うため、一般的な GC 法と比較して高い分離能を有しています。



ナイロン 66 の二次元 TIC クロマトグラム

横軸：1st カラムでの分離、各成分は沸点順  
縦軸：2nd カラムでの分離、各成分は極性順

数多くの成分を沸点・極性という 2 つの分離モードで分離して検出できます。

# 質量分析計 Mass Spectrometer: MS

## DART-TOFMS

DART (Direct Analysis in Real Time; DART) イオン化法は、大気圧雰囲気下で試料をイオン化する新しいイオン化法「アンビエントイオン化法」のひとつです。様々な形態・状態の試料を前処理無しで、DART イオン源にかざすだけでイオン化でき、TOFMS により質量分析を行えます。

DART イオン源



DART-TOFMS

### 短時間測定

測定は試料を数秒イオン源にかざすだけです。

### 前処理不要

様々な形態の試料をそのまま測定可能です。



液体試料

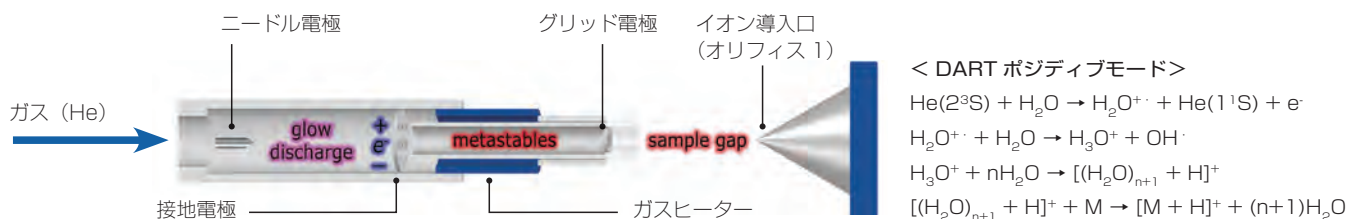
固体試料

粉末試料

### 精密質量による定性分析

精密質量解析を行うことで、検出したイオンの組成式を推定します。

## 原理 DART イオン化法



DART イオン源 概略図

M: 試料分子

DART イオン源に導入されたヘリウムガスはニードル電極の放電により励起ヘリウム原子となります。励起状態のヘリウム原子、大気中のガス、試料分子が相互作用することでイオン化が進行します。

## 分析例 樹脂の迅速分析

2種類のシアノアクリレート系樹脂の DART-TOFMS による測定を行いました。

### 検出された主な成分

[ 試料 1、2の共通 ]

- ・エチルシアノアクリレートのプロトン付加分子 ( $m/z$  126)
- ・ $C_4H_2NO^+$  ( $m/z$  80) と  $C_4H_4NO_2^+$  ( $m/z$  98) (フラグメントイオン)

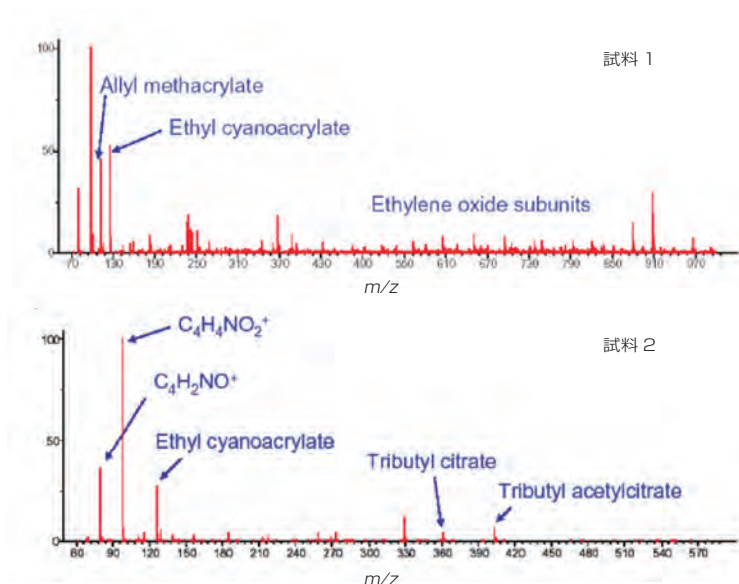
[ 試料 1 だけから観測された成分 ]

- ・アリルメタクリレートとエチレンオキシド (EO) ユニットを含んだポリマー成分

[ 試料 2 だけから観測された成分 ]

- ・トリブチルシトレートとトリブチルアセチシトレート (可塑剤)

シアノアクリレートの DART マススペクトル



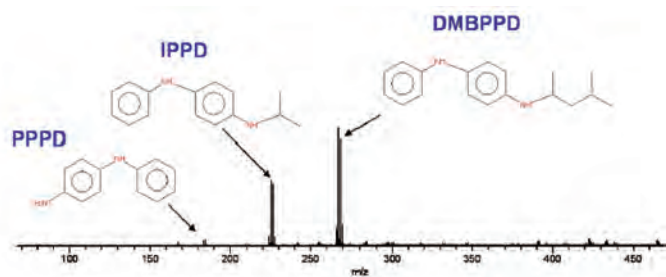
## 分析例 ゴムタイヤ中の抗酸化剤 p-フェニレンジアミン類の迅速分析

ゴムタイヤ切片の DART-TOFMS 測定を行いました。

- ・N-フェニル-p-フェニレンジアミン (PPPD)
- ・N-イソプロピル-N'
- フェニル-p-フェニレンジアミン (IPPD)
- ・N-(1,3-ジメチルブチル)-N'
- フェニル-p-フェニレンジアミン (DMBPPD)

3つのオゾン劣化防止剤が存在することを確認できました。

マウンテンバイクのタイヤから採取したゴム小片の DART マススペクトル



精密質量測定結果

Component	Ion species	Meas. $m/z$	Formula	Error (mDa)
IPPD	$M^+$	226.1472	$C_{15}H_{18}N_2$	0.2
	$[M + H]^+$	227.1543	$C_{15}H_{19}N_2$	-0.5
DMBPPD	$M^+$	268.1942	$C_{18}H_{24}N_2$	0.3
	$[M + H]^+$	269.2014	$C_{18}H_{25}N_2$	-0.4

# 質量分析計 Mass Spectrometer: MS

## MALDI Spiral-TOFMS

マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間質量分析計 (MALDI-TOFMS) は、アミノ酸などの低分子量化合物から、合成ポリマーなどの高分子量化合物まで測定が可能な質量分析計です。

JMS-S3000 "SpiralTOF™" は JEOL 独自のらせん軌道を持つイオン光学系 (SpiralTOF 型イオン光学系) を組み込まれた世界最高分解能の MALDI-TOFMS です。



MALDI Spiral-TOFMS

### 低分子から高分子まで測定可能

リニア TOF オプションを使用すれば、分子量数万を超える高分子量試料も測定可能です。

### 精密質量による定性分析

精密質量解析を行うことで、検出したイオンの組成式を推定できます。

### TOF-TOF オプションによる構造解析

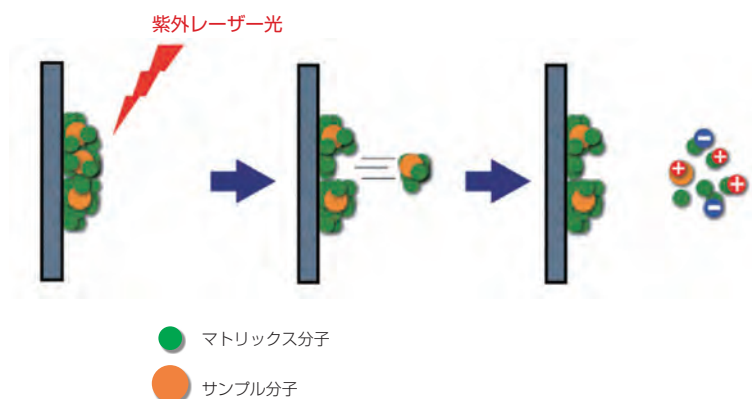
TOF-TOF 測定では 1 段目の TOFMS で選択した  $m/z$  をもつイオンのみを選択します。選択したイオン (プリカーサーイオン) を He などの不活性ガスと衝突させて励起させることで、イオン内の結合の開裂を引き起こし断片化させます (プロダクトイオンの生成)。2 段目の TOFMS で生じたプロダクトイオンのスペクトルから有機化合物の構造情報が得られます。

### MS イメージング測定

試料表面に存在している有機化合物の分布情報が得られます。

## 原理 マトリックス支援レーザー脱離イオン化法

マトリックスと混合した試料にパルス紫外レーザー光を照射すると、マトリックスがレーザー光を吸収して気化します。同時に試料も気相に放出され、イオン化が進行します。



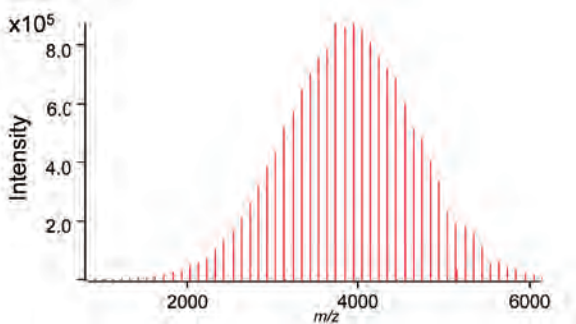
分析例

ポリマーの平均分子量の算出

PMMA の MALDI マススペクトル

試料：ポリメタクリル酸メチル（PMMA）平均分子量 4000

MALDI-TOFMS 測定により、容易にポリマーの平均分子量を求められます。



MALDI マススペクトルからの計算結果

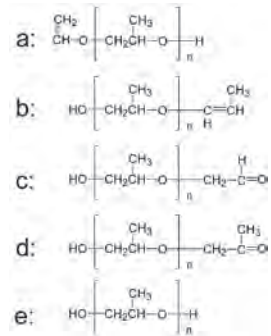
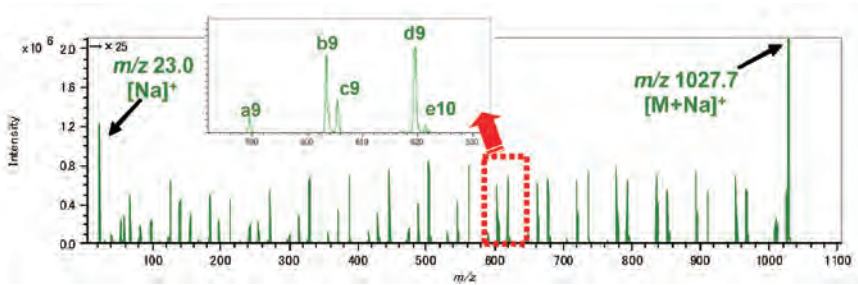
数平均分子量 $M_n$	重量平均分子量 $M_w$	多分散度 PD
3859	4017	1.04

分析例

ポリマー構造解析 TOF-TOF オプション

ポリプロピレングリコール（PPG）のプロダクトイオンマススペクトル

PPG プロダクトイオンの推定構造

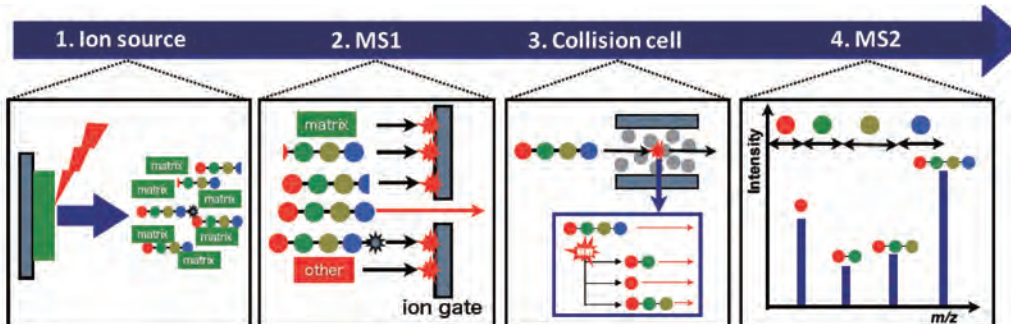


PPG の 17 量体をプリカーサーイオンとして選択し TOF-TOF 測定しました。ナトリウム付加イオンであることを示す  $m/z$  23.0  $[\text{Na}]^+$  や、ポリマー構造を反映する 5 つのプロダクトイオン種が観測されました。



原理 タンデム質量分析法：TOF-TOF オプション

タンデム質量分析法が可能な TOF-TOF オプションを使用することで有機化合物の構造情報が得られます。



1. Ion source: 試料をイオン化
2. MS1: 1 段目の質量分析計。特定のイオン（プリカーサーイオン）を選択
3. Collision cell: プリカーサーイオンを不活性ガス（He など）に衝突させ、イオンを断片化
4. MS2: 2 段目の質量分析計。衝突により生じたイオン（プロダクトイオン）を測定

# 1-3 蛍光 X 線分析装置

## X-ray Fluorescence Spectrometer : XRF

蛍光 X 線分析装置 (XRF) は、X 線を試料に照射した際に放出される蛍光 X 線を検出し、元素の種類と組成を分析できます。高分子材料や製品では、重合に用いた触媒の残留量や RoHS 規制で管理が必要とされる重金属元素 (Cd, Pb, Hg, Cr, Br) の迅速スクリーニング、機能性向上のために添加される無機系添加剤の含有量の分析など製品の安全性や性能にかかわる管理分析ができます。その他、無機系表面処理膜の付着量や厚さ分析や、製造過程で混入する異物の同定にも利用できます。XRF は、非破壊で手軽に材料を構成する元素を測定できる元素分析装置です。



### 非破壊分析

固体・粉体・液体など試料状態に関係なくそのまま測定できます。

### 高感度検出

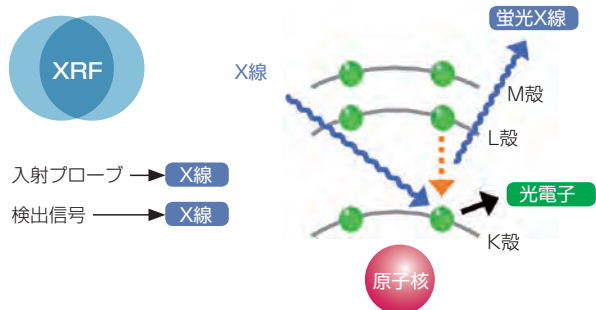
8 種類の一次フィルターとショートパス光学系の採用により数 ppm からの微量成分の検出が可能です。

### スタンダードレス定量分析

ファンダメンタルパラメータ (FP) 法により。標準試料なしで、微量成分から主成分までの定量分析が可能です。めっきなど試料表面に形成された薄膜等の厚みも測定できます。

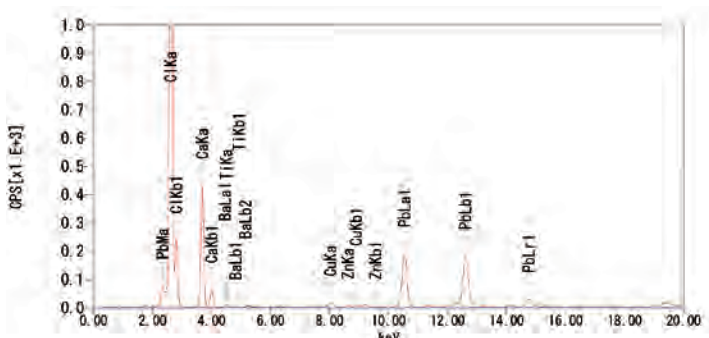
## 原理 蛍光 X 線の発生原理

X 線を試料に照射すると、試料を構成する原子の電子軌道に存在する電子がはじき出され上位の軌道の電子が遷移します。その時に放出される X 線を蛍光 X 線といいます。蛍光 X 線が持つ各元素に固有のエネルギーを測定することにより元素分析ができます。



## 主成分 軟質 PVC に含まれる添加剤の分析

軟質 PVC は基材となる PVC に添加剤 (可塑剤、充填剤、安定剤、着色材など) を加えて製造されています。可塑剤をバランス成分にすることで、その他の添加剤の定量分析ができます。



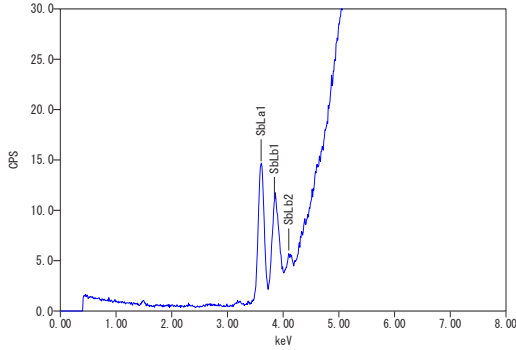
成分		結果
PVC	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl	39.849
充填剤	Ca	9.211
安定剤	Ba	0.054
	Pb	1.086
	Zn	0.012
着色剤	Cu	0.025
	Ti	0.018
バランス (可塑剤)	C <sub>12</sub> H <sub>19</sub> Cl <sub>2</sub>	49.743

単位 : mass %

微量成分

### ポリエチレンテレフタレート (PET) の残留触媒 Sb の分析

ペットボトルや食品トレーなどに使用されている PET には重合時に触媒として使用された Sb や Ge などが微量に残存しています。これら残存触媒の含有量を迅速に測定できます。



FP 法の自動バランス成分仮定を使用すれば樹脂の種類を問わずに精度の高い分析が行えます。

成分	結果
Sb	0.025
バランス(PET)	99.995

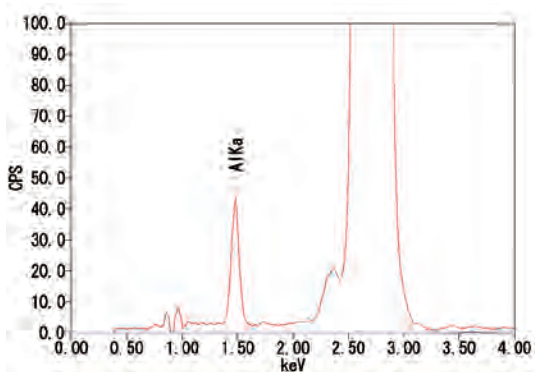
単位 : mass %

表面処理

### PVC 表面に蒸着したアルミニウム層の厚み測定 PET 表面にコートされた Si 付着量の測定

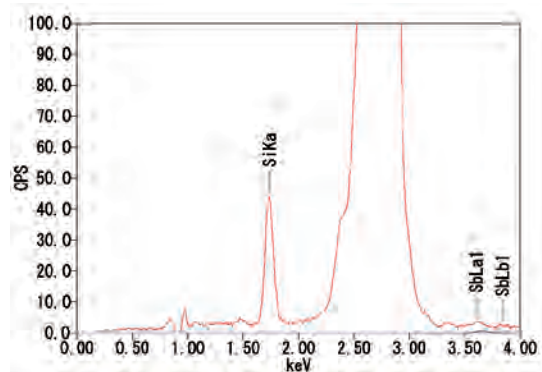
製品の耐水性、耐熱性、機械的性質など機能性を向上や表面の保護のために、表面に蒸着やコーティングが施されています。薄膜 FP 法を利用することで、この表面処理層の厚みや付着量を測定できます。

アルミニウム蒸着膜



成分	結果
アルミニウム層厚み	44 nm

Si 付着量



成分	結果
SiO <sub>2</sub> 量	0.0072 mg/cm <sup>2</sup>

RoHS

### 製品に含まれる重金属元素のスクリーニング

RoHS ソリューションは最適な測定条件と FP 法定量分析条件が組み込まれた専用ソフトです。スタンダードレスで精度の高い測定結果が得られます。右の結果は IRMM 製 ERM-EC681 ペレット (2 mm) を測定した結果です。



# 1-4 光電子分光装置

## X-ray Photoelectron Spectrometer : XPS

X線光電子分光装置（XPS）は、試料にX線を照射したときに発生する光電子を分析することにより、物質最表面の定性分析、定量分析、化学結合状態分析を行うことができる分析装置です。試料表面へのイオン照射による表面のクリーニングや、測定とエッチングを繰り返すことによる試料の内部構造の分析ができます。



XPS

### 表面分析装置です

物質最表面の領域を分析できます。分析深さは6 nm程度です。

### 定量分析・化学結合状態分析が可能です

XPSでは得られたスペクトルのピーク強度から定量分析を、ピーク位置や形状から化学結合状態を同定できます。

### 深さ方向分析も可能です

イオンエッチングとXPS測定を組み合わせることにより、表面だけでなく深さ方向への元素分布や界面での分析などを行えます。



## 原理 光電子の発生原理

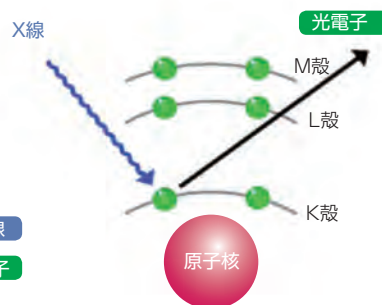
### XPSから得られる基本情報

- 信号の位置（横軸）
  - ・・・ 元素情報(定性分析)
- 信号の大きさ（縦軸）
  - ・・・ 積分強度（定量分析）
- 信号の詳細位置や形状（分裂）
  - ・・・ ケミカルシフト（化学結合状態分析）



X-ray  
Photo-electron  
Spectroscopy

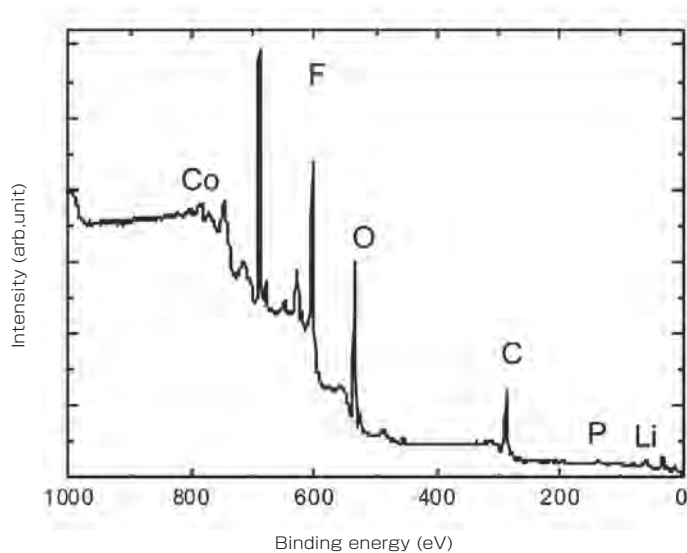
入射プローブ → X線  
検出信号 → 電子





## 分析例 Li イオン電池表面の分析

リチウムイオン電池の正極を分析しました。正極表面からは電解液の成分である Li, C, O, F, P などと、正極の活物質である Co が検出されました。

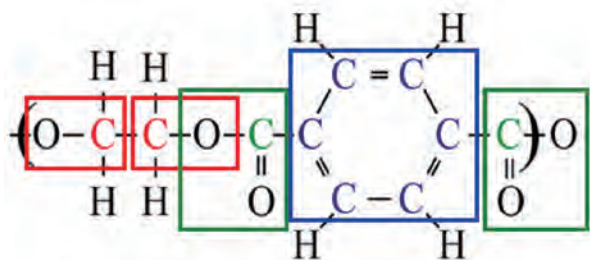


試料：Li イオン電池正極表面

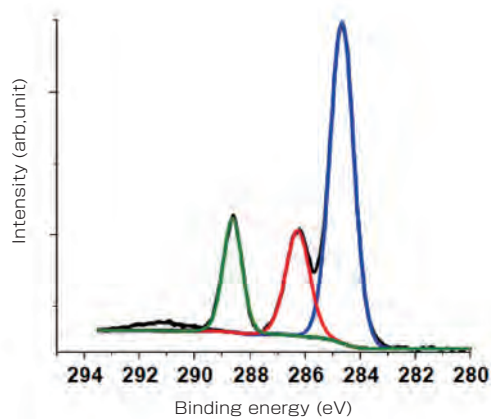
## 分析例 ポリエチレンテレフタレート (PET) の分析

XPS を用いて高分子材料を分析すると、その官能基の分析を行うことができます。XPS のスペクトルを確認すると、各官能基に対応したピークが確認できます。ここでは、PET に含まれるベンゼン環、カルボニル基、カルボキシル基が検出できました。

PET の化学構造式



XPS で測定された PET の C1s スペクトル

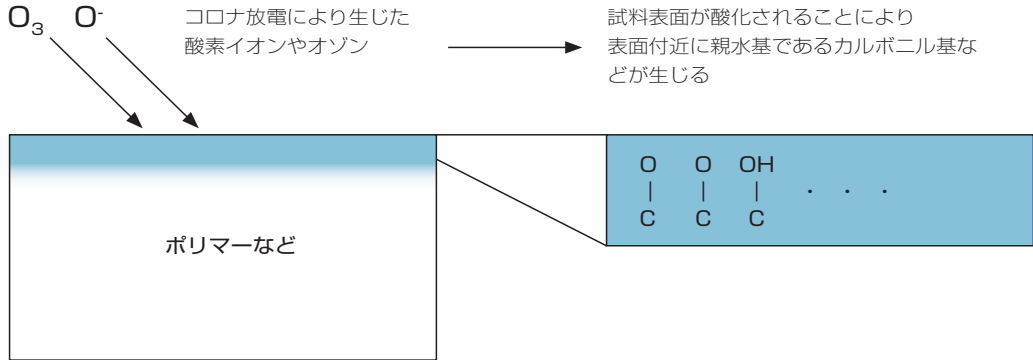


分析例

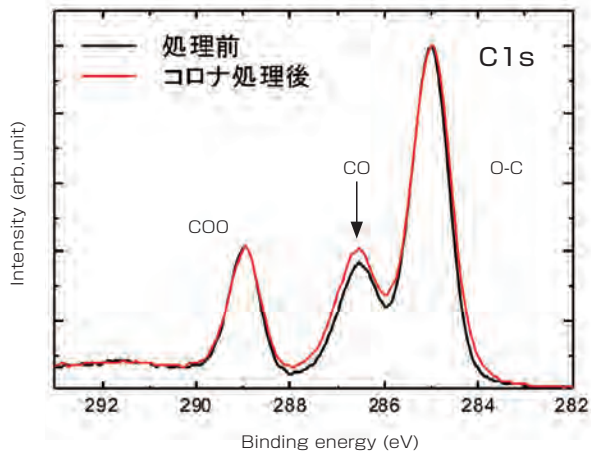
高分子材料の表面処理の評価

高分子材料は、複合材料として他の物質と組み合わせて使われることも多く、その際に重要なのが接着強度です。接着強度をあげるために、接着面に放電や様々な物質の付加などの表面処理によって、接着強度をあげることができます。XPS による定性および定量分析は、高分子材料の表面処理剤の評価に利用できます。

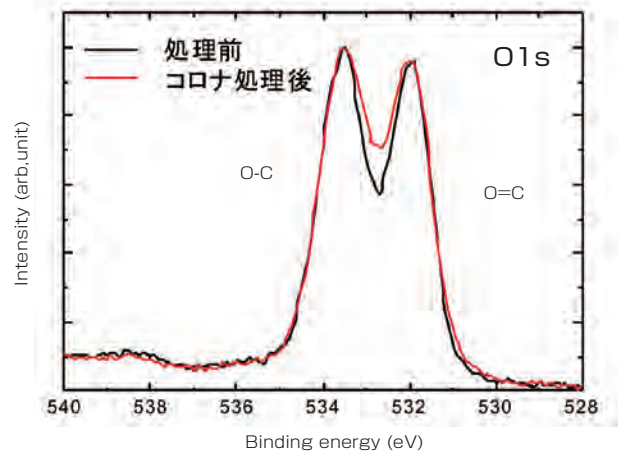
高分子材料の表面処理の概念図



コロナ放電処理による表面状態の変化



C1sスペクトル



O1sスペクトル

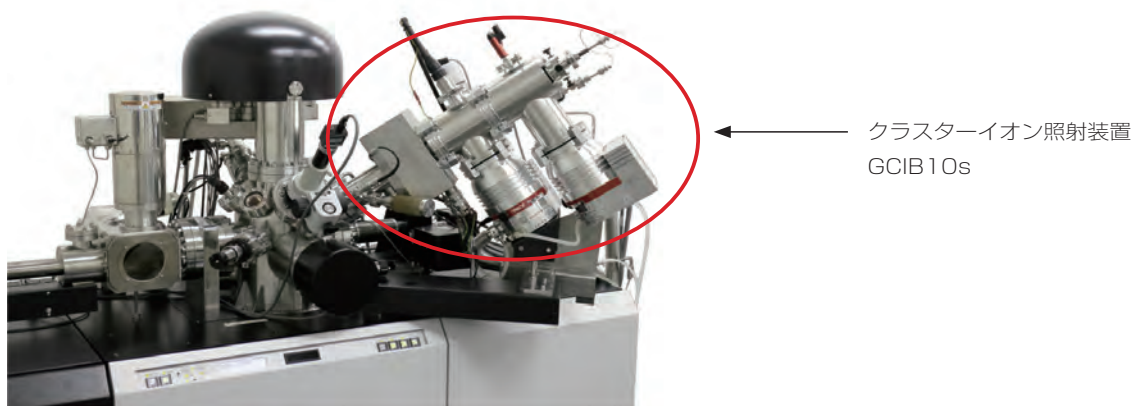
コロナ放電前後のPET フィルムのXPS 測定を行うことにより、コロナ放電処理後に、CO を示すピーク強度が増加したことが確認できました。PET にコロナ放電処理を行うと親水性が増すことが知られていることから、CO の増加により親水性が増したと考えられました。



## イオン照射による深さ方向の XPS 分析 — クラスタライオンビームの XPS への適用 —

イオン照射による試料エッチングと XPS 分析を交互に行うことにより、高分子材料の深さ方向分析を行うことができます。近年、塊のイオンを試料に照射することのできるクラスタライオンビーム照射装置の利用が増加しました。クラスタライオンビームを有機物に照射すると、試料に対して化学的な損傷をほとんど与えることなく、試料のエッチングを行うことができるため、高分子材料の深さ方向分析や、表面汚染物のクリーニングに用いることができます。

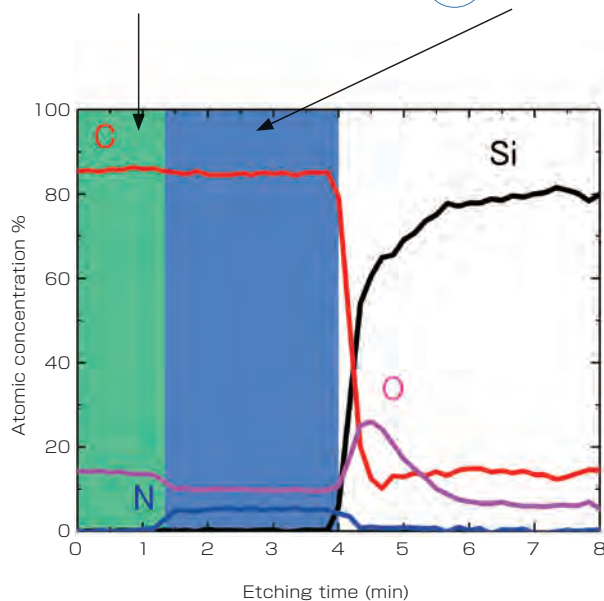
JPS-9030+GCIB10s



## 高分子多層膜の深さ方向分析

クラスタライオンビームと XPS を組み合わせて深さ方向分析を行いました。その結果、高分子多層膜であっても 10 nm 以下という高い深さ分解能で、層構造の分析ができました。

BASF 社製 IRGANOX 1010 層 : 50 nm      BASF 社製 IRGANOX 3114 層 : 150 nm



【参考資料】 JEOL Application Note : HS-004

# 1-5 走査電子顕微鏡

## Scanning Electron Microscope : SEM

走査電子顕微鏡 (SEM) は、細く集束した電子線を試料表面に照射し、二次元的に走査して試料表面を観察する装置です。電子線照射により発生した二次電子、反射電子、特性 X 線等の信号を検出することで、試料の形態や結晶情報、組成等の化学的情報等が得られます。

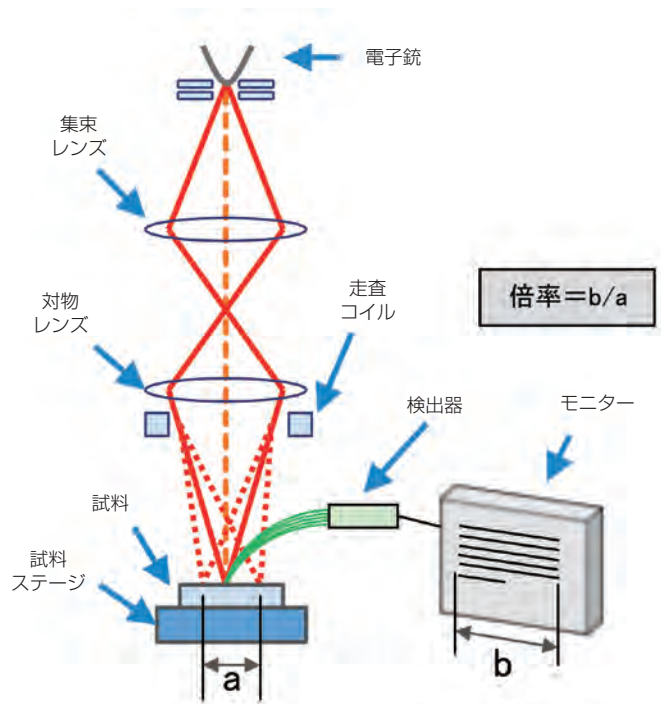
SEM はバルク試料の形態観察や局所分析が手軽にできるため、基礎研究から工業分野まで幅広い分野で使用されています。



- 形態観察が行えます**  
二次電子像により試料表面の形態情報が得られます。
- 組成観察が行えます**  
反射電子像により材料の組成情報が得られます。
- 元素分析が行えます**  
特性 X 線検出により試料の元素情報が得られます。

### 原理

電子銃で発生させた電子線を集束レンズで細く絞り、対物レンズで試料表面にフォーカスします。走査コイルで電子線を XY 方向に走査し、試料から発生した信号を検出器で検出します。電子線の走査と画像を表示するモニターを同期させて画像を観察します。電子線を走査する幅 a と、像を表示する幅 b で SEM 像の倍率が決まります。

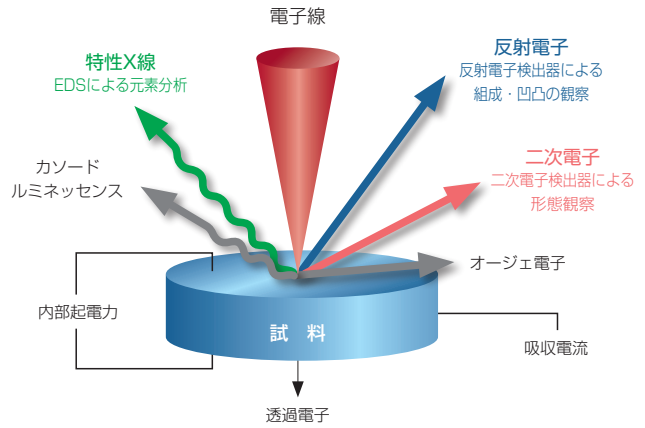


SEMの構成概略図

# 信号

試料に電子線が当たると様々な信号が発生します。発生した信号は各検出器にて必要な情報に変換されます。これらの検出器の使い分けにより目的とする情報が得られます。

## 電子線により発生する信号と得られる情報

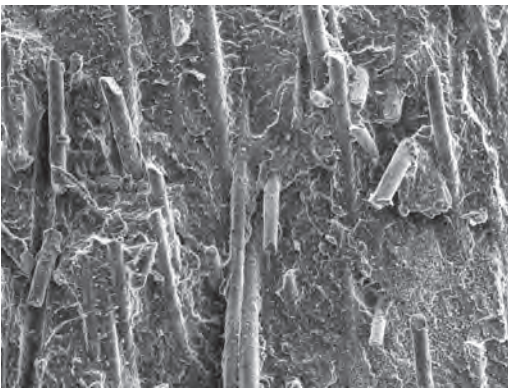


# 分析例

## 強化プラスチックの観察・分析

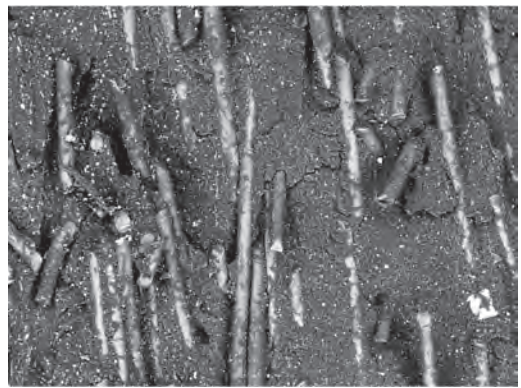
### 形態観察

破断された試料断面形状を二次電子像で形態確認しました。破面の状態から破壊された状況が推測できます。



### 組成観察

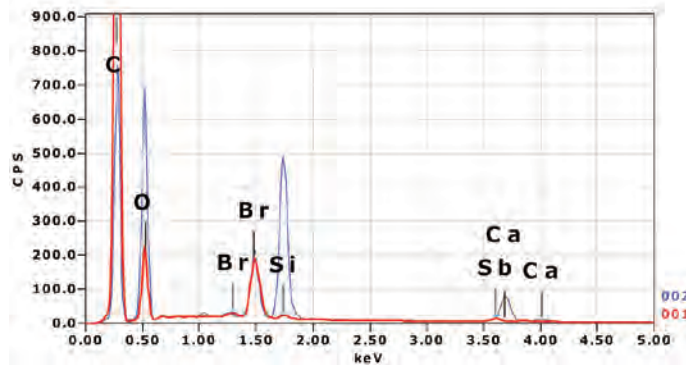
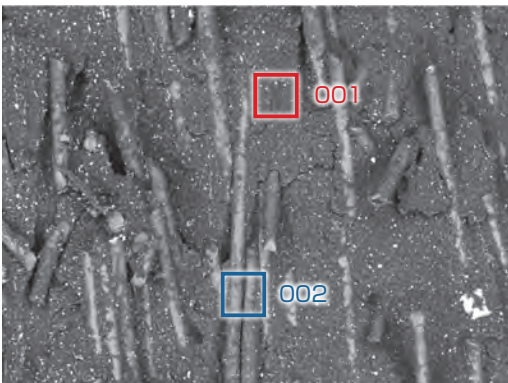
同じ試料を反射電子像で観察し、母材と組成差があるフィラーを確認しました。フィラーの分布と配向性が、よく分かります。



50 μm

### 元素分析

EDSによる元素分析の結果、フィラーからSiやCaが検出されました。組成差が認められた箇所をそれぞれポイントで分析し、含有する元素を比較できます。



試料：強化プラスチック

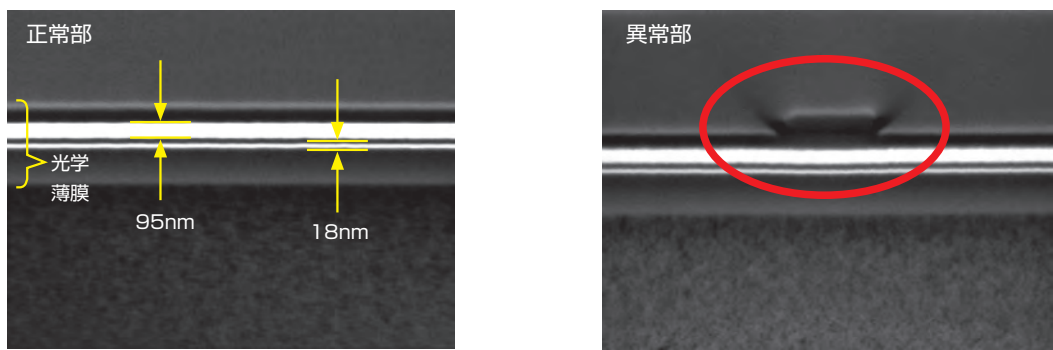
分析例

高分子材料の観察・分析例

観察

プラスチックレンズの異常部の観察

集束イオンビーム加工観察装置（FIB）で断面作製したプラスチックレンズを、SEMで観察しました。断面観察により、各光学薄膜の膜厚が測長できます。また、表面観察で異常が認められた異常部では光学薄膜上の異物（赤丸部）の付着状態が観察できました。

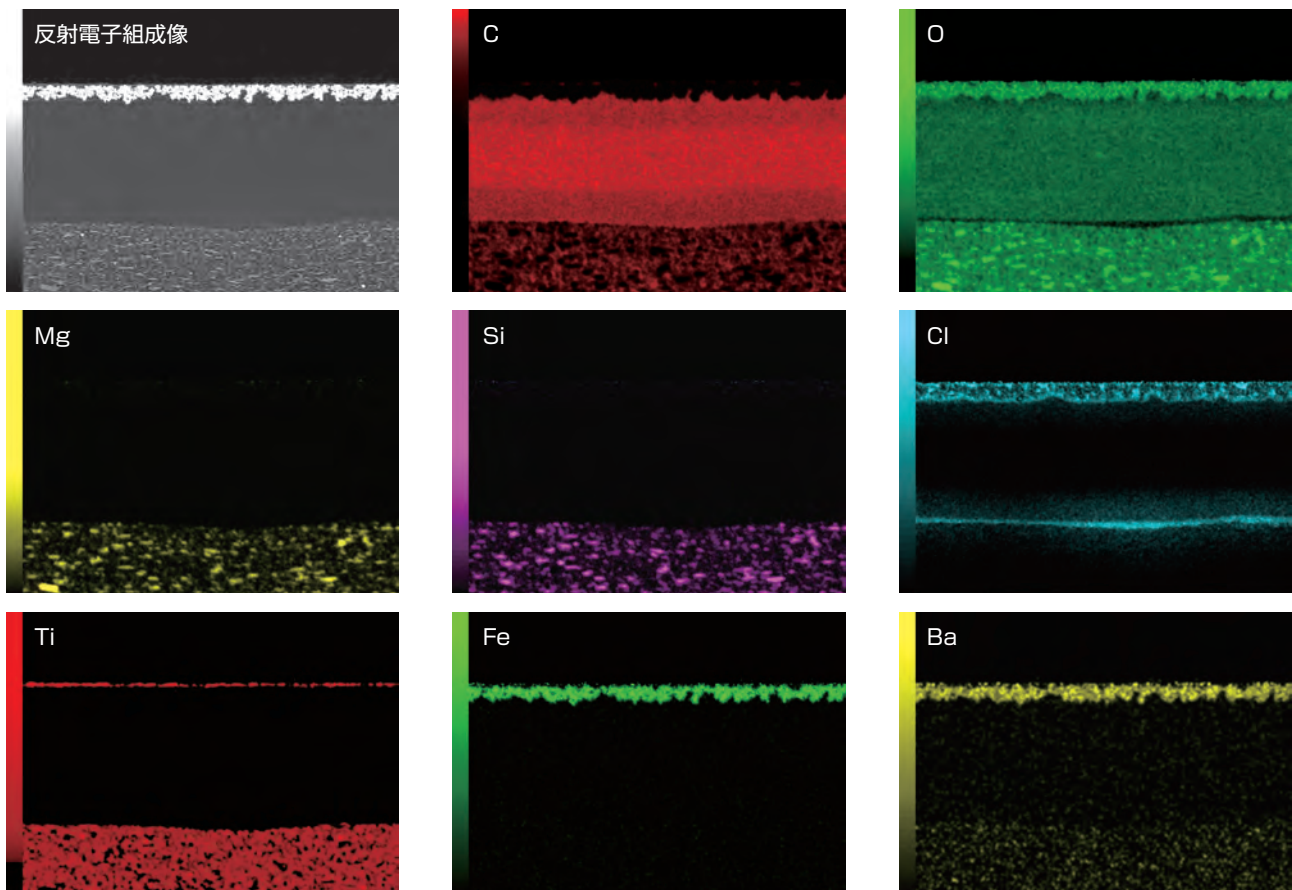


試料：プラスチックレンズ（ブルーライトカットガラス）

元素分析

プラスチックカード断面の分析

磁気テープ層を貼り付けたプラスチックカードの断面のEDS元素マップを作製しました。Fe、Ba等が多く分布する磁気テープ層の下に、CとOの量が微妙に異なる層が数層存在することが分かりました。

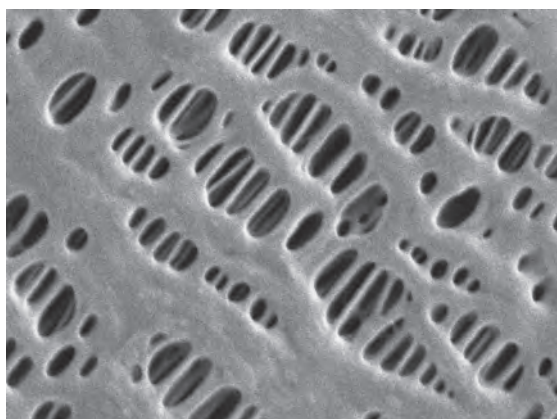


試料：プラスチックカード（磁気テープ層）

極低入射電圧観察

セパレータの観察

極低入射電圧で試料を観察することにより、電子線照射による熱ダメージ及び帯電現象を抑制することができます。帯電しやすく、熱に弱いセパレータの表面形態を鮮明に観察できました。

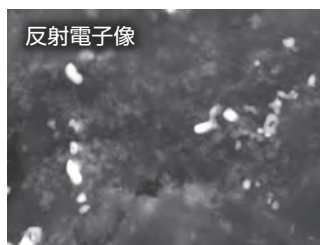
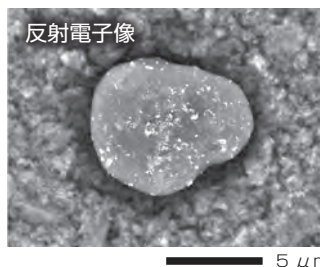


試料：Li イオン電池内のポリプロピレン製セパレータ  
入射電圧：0.05 kV

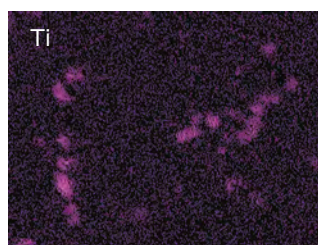
低真空 SEM

トナー粒子の分析

試料室内の圧力を上げられる低真空 SEM を使用することにより、導電性のない試料を無処理で観察・元素分析できます。



試料：トナー粒子  
入射電圧：7 kV 低真空モード 真空度：70 Pa

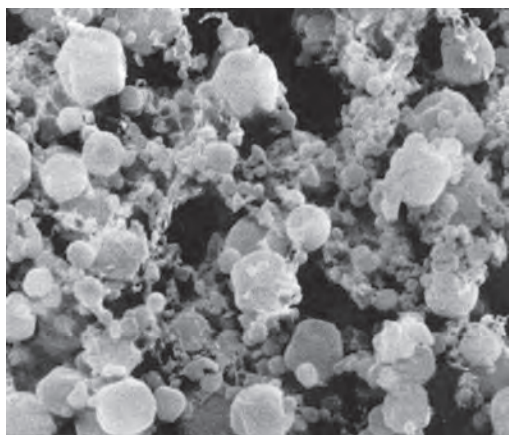


Cryo-SEM

含水試料の観察 Cryo-SEM

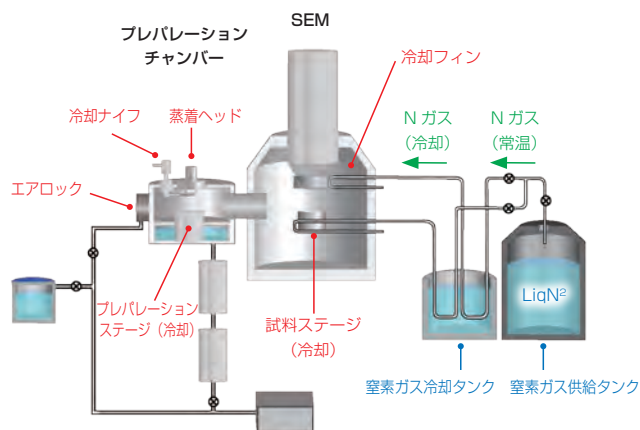
Cryo-SEM 法は試料を凍結することで含水試料等の形態を保ったまま観察する手法です。試料を急速凍結し、プレパレーションチャンバーで凍結割断やエッチングを行って目的の部位を露出させます。その試料を SEM に導入し、液体窒素温度で冷やした試料ステージ上で観察を行います。

形態観察



試料：アクリル系高分子エマルジョン

Cryo-SEM の概略図



液状のアクリル系高分子エマルジョンを Cryo-SEM で観察しました。常温の SEM 観察では変形してしまう含水試料を凍結することで、本来の形態の観察が可能です。

# 1-6 透過電子顕微鏡 Transmission Electron Microscope : TEM

透過電子顕微鏡（TEM）は数十 nm の薄膜試料に電子線を透過させ、試料の内部構造を観察する装置です。一般に低分子からなる高分子材料は、染色などの適切な試料前処理を行うことで微細な構造を観察できます。像の観察のみならず観察場所に対応した電子回折や元素分析を行えます。さらにトモグラフィによる試料の三次元構造解析が可能です。



TEM

### 微細構造の観察

空間分解能が高く、原子分解能観察まで可能です。

### STEM 像観察

電子線を細く絞って試料上をスキャンし、透過・散乱した電子を使って像観察します。

### 元素分析, 電子回折

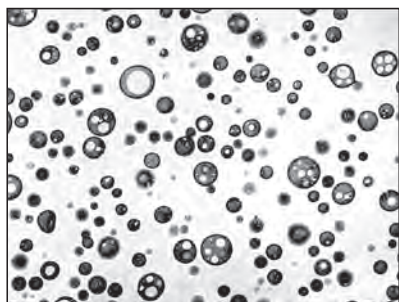
微小領域での元素分析、電子回折が可能です。

### クライオ観察

電子線に弱い試料を極低温で観察できます。

## 観察例

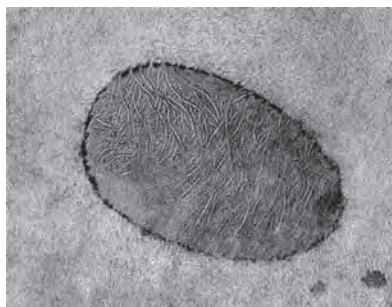
### 高分子の相分離構造



1 μm

試料：ABS 樹脂  
試料作製：超薄切片法  
OsO<sub>4</sub> 染色

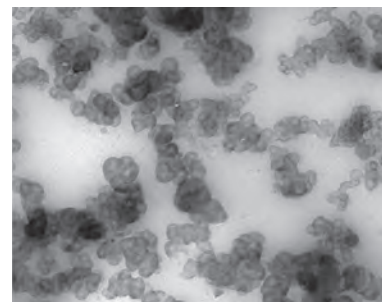
### 結晶性高分子のラメラ構造



200 nm

試料：ブレンドポリマー (PE/PP)  
試料作製：超薄切片法  
RuO<sub>4</sub> 染色

### ゴム中フィラーの分散状態

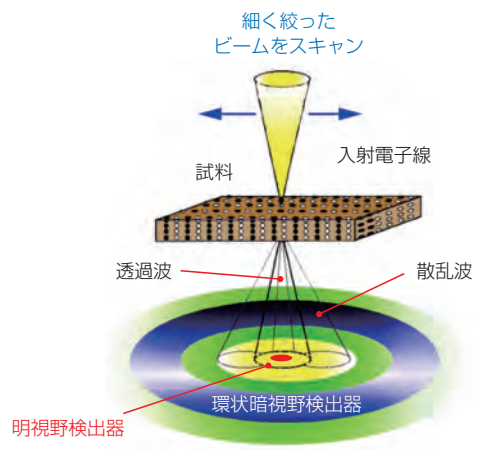


200 nm

試料：スチレンブタジエンゴム (SBR)  
+ カーボンブラックのフィラー  
試料作製：クライオ超薄切片法  
無染色

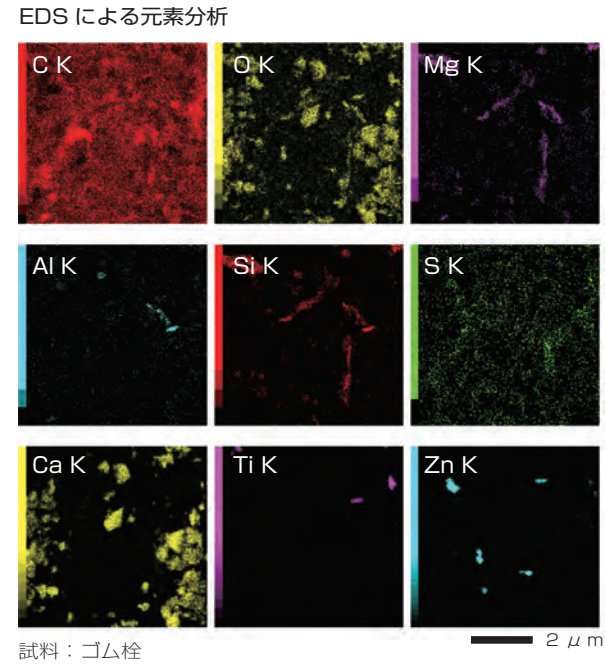
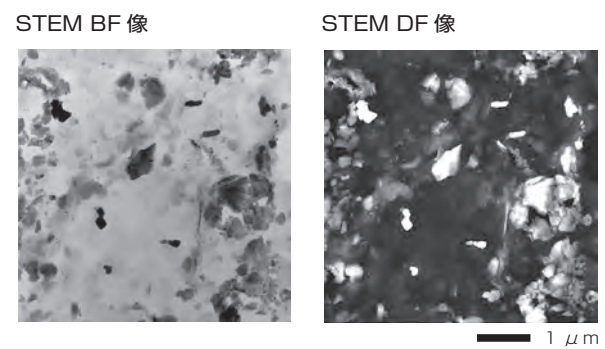


# STEM 原理



透過電子・・・明視野 (BF) 像  
 散乱電子・・・暗視野 (DF) 像

# 観察例 ゴム中フィラーの STEM 観察と EDS 分析

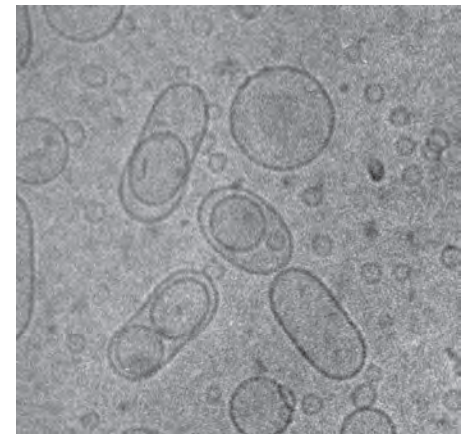
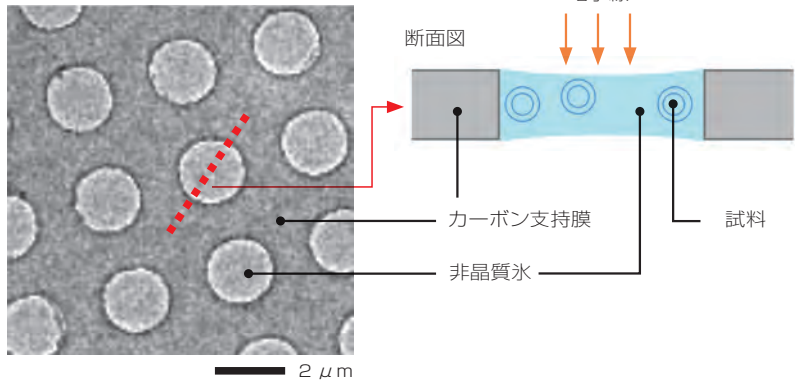


試料：ゴム栓

# クライオ観察 溶液中のリポソームのクライオ観察

溶液中のリポソームを急速凍結し、凍結状態のまま TEM で観察しました。

試料：リポソーム  
 試料作製：氷包埋法



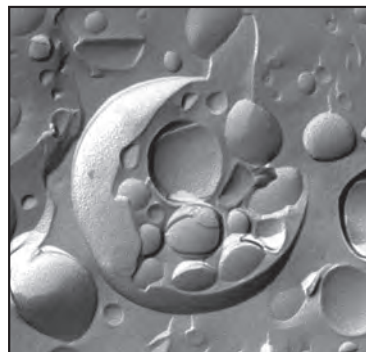
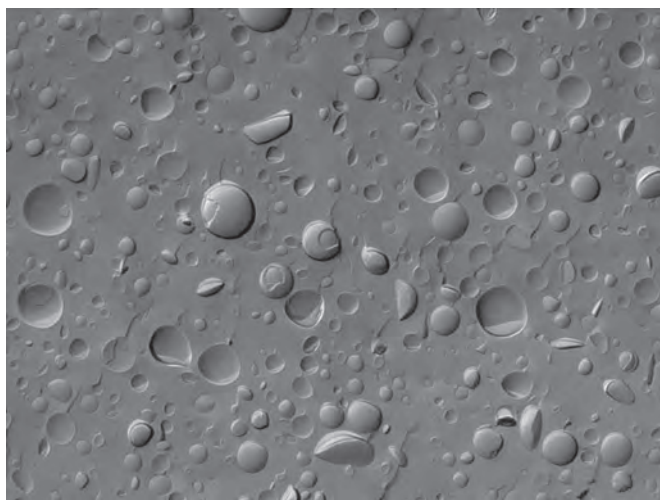
試料：リポソーム

氷包埋法：穴のあいたカーボン支持膜の穴に薄い氷の膜を作製し、氷に包埋された試料を TEM 観察します。

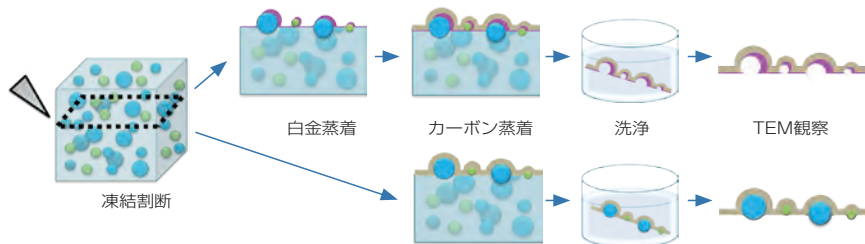
観察例

溶液中試料の観察 エマルジョン

凍結切断 - レプリカ法



試料：エマルジョン



凍結切断 - レプリカ法

急速凍結した試料を高真空中で切断して、作製した切断面のレプリカ膜をTEM観察します。

凍結切断 - 抽出レプリカ法

急速凍結した試料の高真空中での切断により得られた切断面にカーボン蒸着して、蒸着膜に埋まった粒子をTEM観察します。

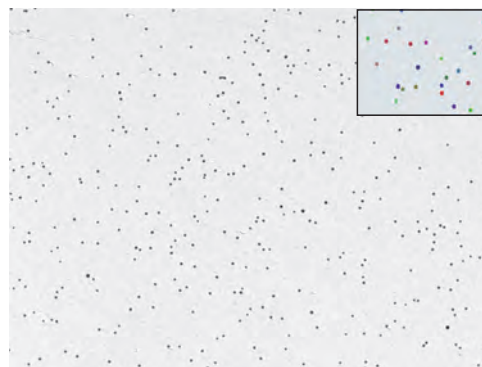
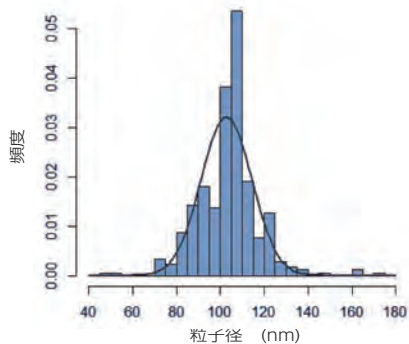
観察例

液中分散微粒子の測定

凍結切断 - 抽出レプリカ法

液中に分散した微粒子は、乾燥時に凝集してしまい水中での分散状態を捉えることが困難です。液中試料を急速凍結することによって物理的に固定し、水中での分散・凝集状態を観察できます。

コロイダルシリカの粒径分布



試料：コロイダルシリカ

液中のコロイダルシリカが、凝集することなく、1粒子ずつ分散している様子が分かります。

## 3次元再構築

TEM トモグラフィーは、医療用 X 線 CT 法を応用し、連続的に試料を傾斜させながら撮影した投影像から三次元構造を再構成する手法です。TEM で観察する試料の厚さは 100 nm 以下と十分に薄いものですが、TEM の空間分解能は、1 nm 以下であり、これと比べると十分に厚さがあるといえます。TEM トモグラフィーによる三次元再構築は、試料を連続的に傾斜して撮影した投影像を計算処理することによって、試料内部の三次元構造をナノオーダーの分解能で再構成できます。

### 連続傾斜像（投影像）の撮影

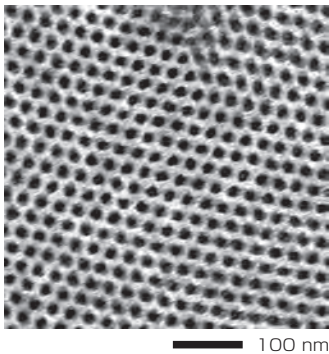


## 観察例

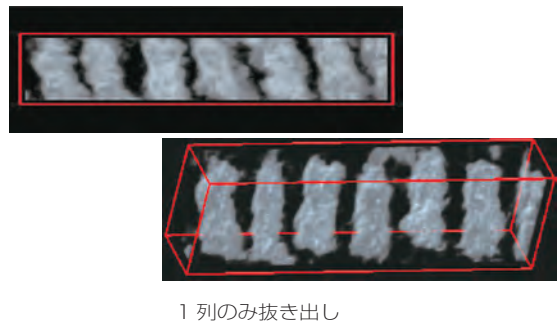
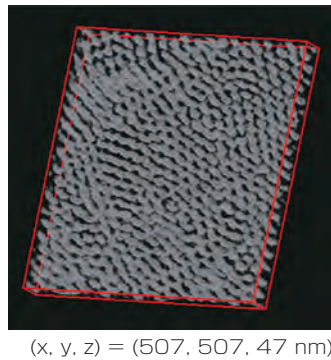
### TEM による三次元再構築（TEM トモグラフィー） ブロックコポリマーの三次元構造

TEM トモグラフィー法により 2 種類のブロックコポリマーを三次元再構築しました。二次元像観察では区別がつかない構造が、三次元では異なる構造をしていることが分かります。

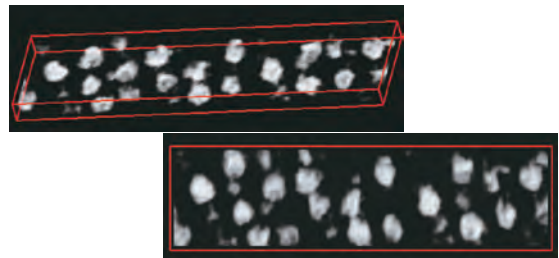
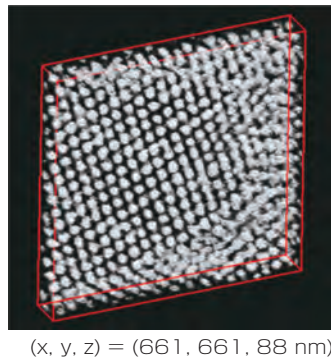
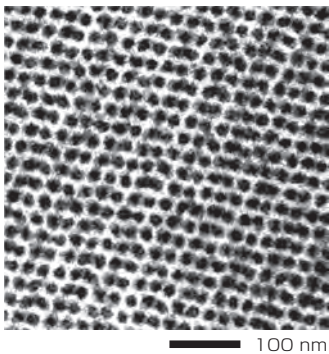
#### シリンダー構造（TEM 像）



#### 三次元再構築像（白黒反転表示しています）



#### 球構造（TEM 像）



試料：Poly(styrene-block-isoprene)  
試料作製：OsO<sub>4</sub> 染色 超薄切片法  
傾斜角度：-60° ~ +60° (1° ステップ)  
装置：JEM-2200FS  
データご提供：東北大学 陣内浩司先生

# YOKOGUSHI Applications

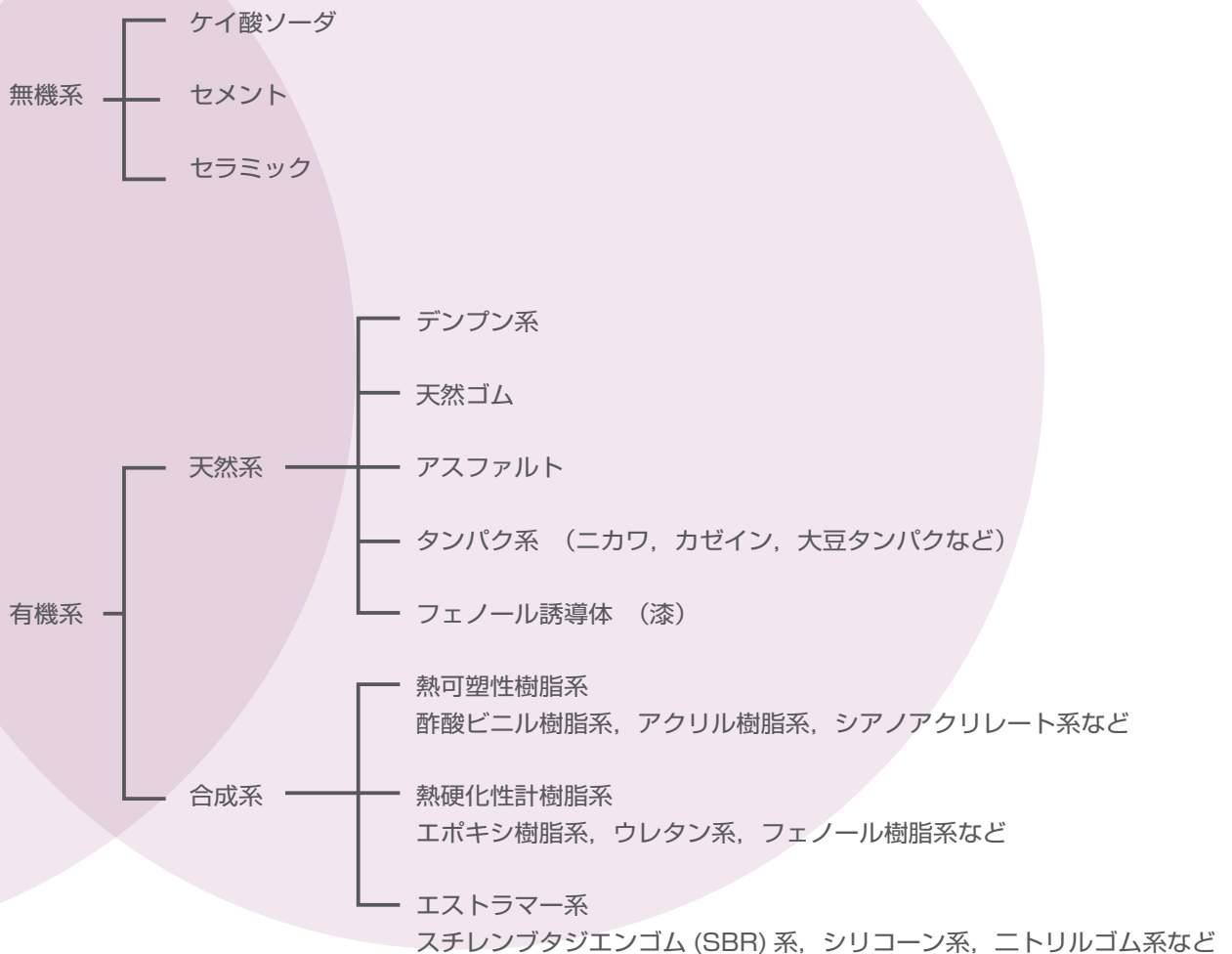
## 接着剤の分析



接着剤の主剤となる天然高分子や合成高分子、また各種機能を付与するための副剤や添加剤は、接着剤の性能に大きく影響します。このため、これらを分析して得られた結果を開発や製造にフィードバックすることは重要です。

ここでは、有機系接着剤として日本でも古くから用いられている漆、木工用の接着剤として広く使われている酢酸ビニル系接着剤、瞬間接着剤として知られているシアノアクリレート系接着剤、汎用性の高いスチレンブタジエンゴム (SBR) を分析した例をご紹介します。

## 2-1 接着剤の分類

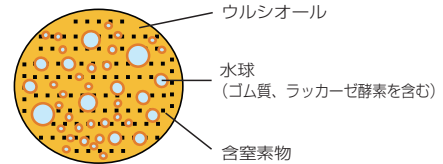


## 2-2 日本最古の接着剤 漆の分析

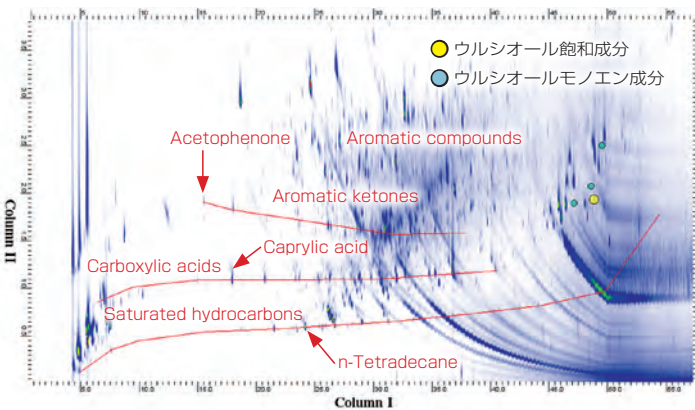
漆は、東アジア地域に限定して生育する3種類の漆樹より採取される天然高分子材料で、少なくとも約8000年前より塗料や接着剤として用いられています。有機溶剤を一切使用せずに茶褐色の塗膜を形成するユニークな特徴を有する一方、その塗膜の詳細な構造は未だ完全には解明されていません。

### 【漆豆知識】

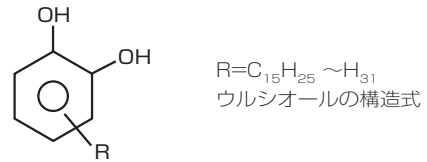
生漆（きうるし）：漆の木の樹液。生漆の主成分はウルシオールで、その他に窒素化合物や、ゴム質やラッカーゼ酵素を含む水球が分散しています。  
 くろめ漆：生漆を攪拌・脱水することで塗料へと加工したものです。



### 熱分解 GC x GC-MS による分析

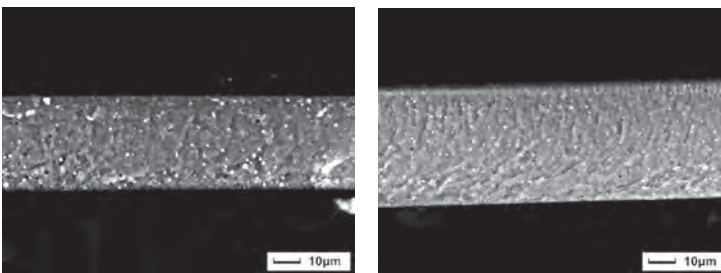


漆膜を熱分解 GCxGC 測定することで、800種類以上の成分を分離して検出することができました。Column Iの保持時間45分過ぎにはウルシオール成分を観測することができました。



熱分解温度：400℃  
 Column I：BPX5, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm  
 Column II：BPX50, 2 m x 0.1 mm, 0.1 μm

### SEM による分析



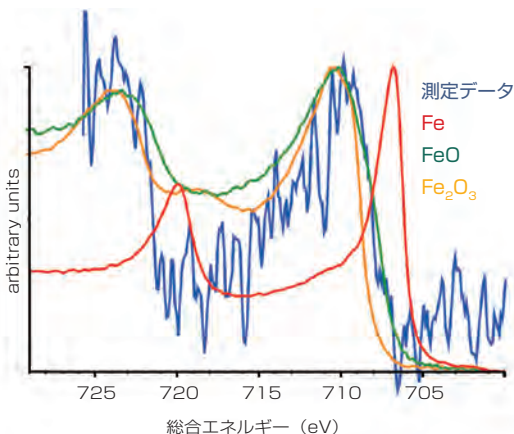
生漆断面

素黒目漆断面

生漆液中にはサイズは異なる水球が分散しているため、生漆膜の断面には形状の異なる比較的大きな水球跡やゴム質が観察されました。

くろめ漆は、“なやし”と呼ばれる攪拌作業により水球のサイズを小さく均一にした後、水分量を5%以下にする工程を経た漆液です。SEMにより、素黒目漆では生漆よりも小さい粒子径が分散していることを確認できました。

### XPS による分析



現在日本で使用される黒漆の多くは、黒色顔料をくろめ漆に混合したものではなく、漆に鉄粉や水酸化第一鉄の水溶液を加えることにより作製されます。この黒色はウルシオールと鉄が反応することによる発色と考えられますが、その際の鉄の化学状態ははっきりとはわかっていません。

XPSを用いた分析により、微量な鉄が検出されました。鉄化合物の標準スペクトルとの比較により、漆試料中の鉄がFeOであると推定されました。

ご協力：地方独立行政法人  
 東京都立産業技術研究センター  
 神谷 嘉美 先生

## 2-3 木工用接着剤（酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤）の分析 酢酸ビニルエマルジョンの形態

### Cryo-SEM による観察

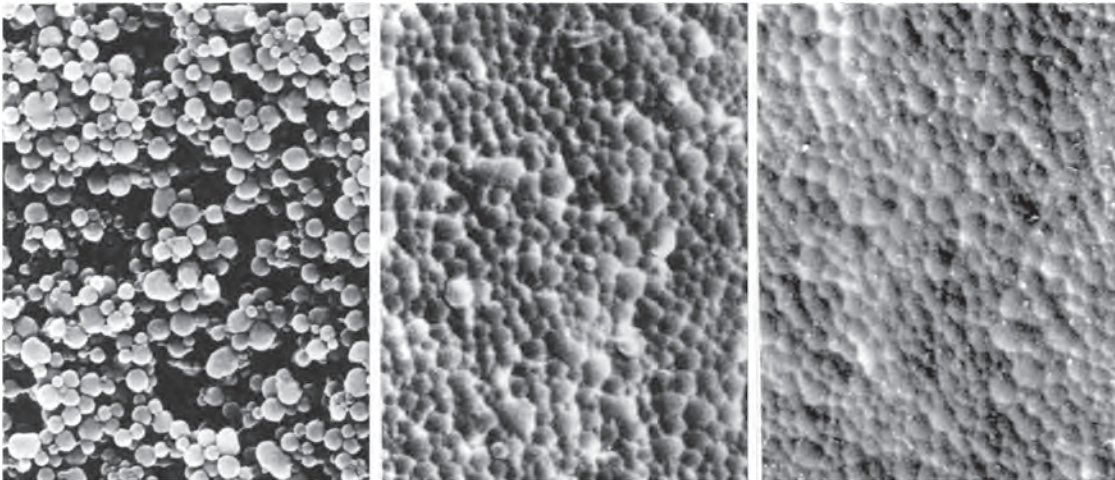
木工用接着剤（ポリ酢酸ビニルエマルジョン）を Cryo-SEM を用いて観察しました。

#### 木工用接着剤のフィルム化過程の観察（表面構造）

A：塗布後 0分

B：塗布後 5分

C：塗布後 10分



#### メタルコンタクト法で急速凍結した試料の Cryo-SEM 像

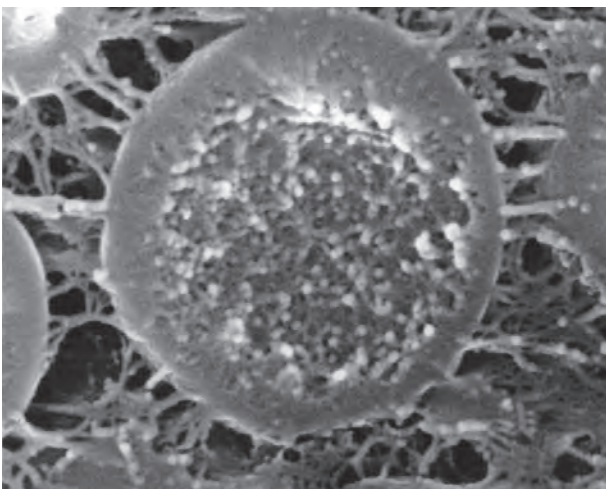
A：塗布直後（0分） 個々の粒子が間隔を置いて分布しています。

B：塗布 5分経過後 個々の粒子は隙間なく分布しています。

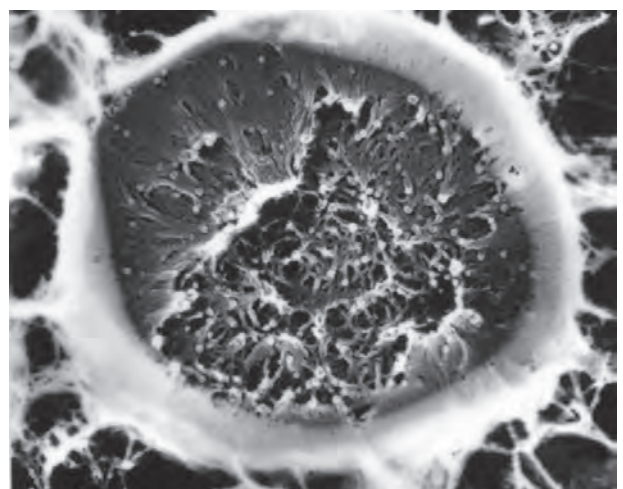
C：塗布 10分経過後 個々の粒子が繋がりフィルム化が進行しています。

#### 木工用接着剤の樹脂粒子の内部構造の観察（凍結断面）

D：Cryo-SEM 像



E：凍結断面レプリカ像（TEM）



D：メタルコンタクト法で急速凍結試料の冷却ナイフによる凍結断面の Cryo-SEM 像

E：凍結断面レプリカ法により調製した試料の TEM 像（室温）（Page 25 参照）

いずれの手法でも、樹脂粒子断面に微細な構造があることが見て取れます。

# 木工用接着剤（酢酸ビニル樹脂 エマルジョン 接着剤）の分析

## 木工用接着剤中の芳香族添加剤の分析

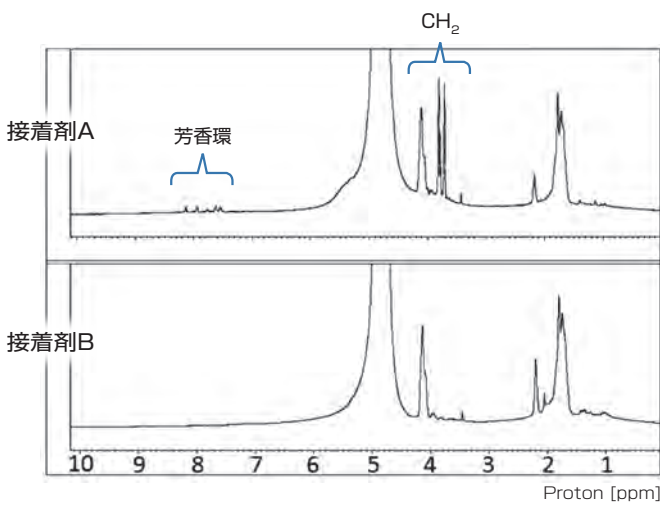
### NMR による観察

異なるメーカーの接着剤 A、B をそのまま固体 NMR 試料管に詰め、 $^1\text{H}$  及び  $^{13}\text{C}$ -NMR 測定を行いました。

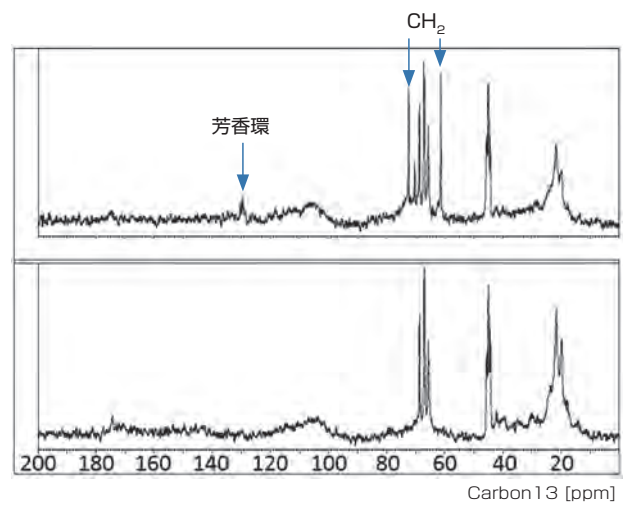
青線で示した成分は接着剤 A のみで観測されている成分です。

この NMR スペクトルから、接着剤 A は接着剤 B には無い成分を含んでおり、その成分は芳香環や  $\text{CH}_2$  を持つ運動性の高い低分子成分であることがわかります。

$^1\text{H}$ -NMR スペクトル



$^{13}\text{C}$ -NMR スペクトル



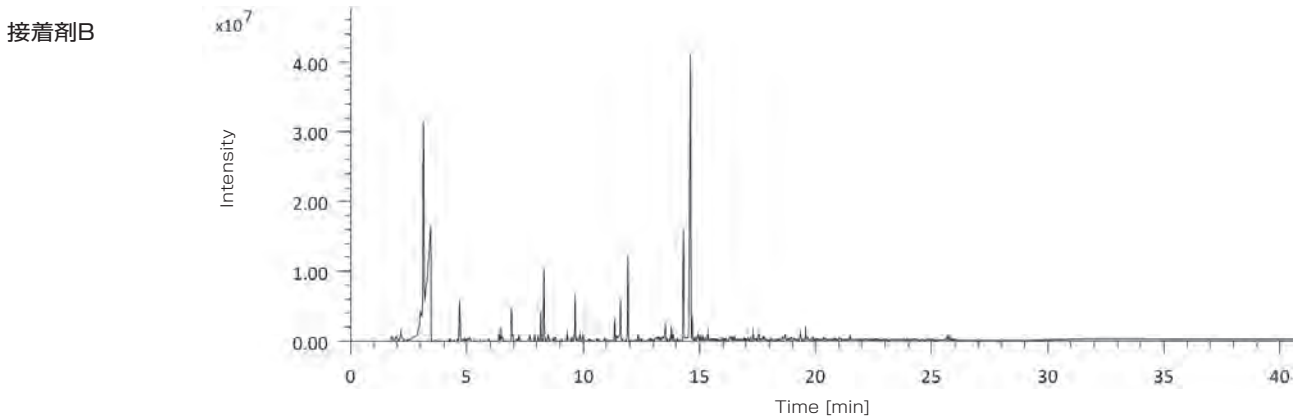
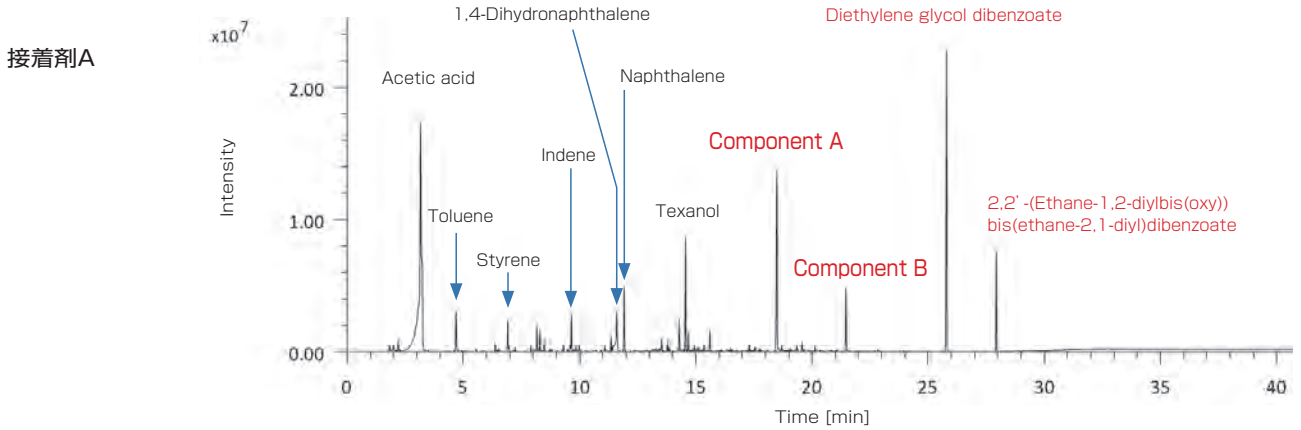
測定装置：JNM-ECZ500R + 3.2 mmHXMAS プローブ  
 積算回数：64 回 ( $^1\text{H}$ -NMR)、10,000 回 ( $^{13}\text{C}$ -NMR)  
 繰り返し時間：5 秒

固体 NMR は試料をそのままの状態を観測できる測定手法であり、本試料のように空気中で反応する試料であっても、長期間安定に測定が可能です。

ここでは、各試料の  $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$ -NMR スペクトルから、試料間での添加物の差が明確に観測されました。NMR 分析は、このように試料間の成分比較にも有効な手法です。

## 熱分解 GC-TOFMS による2種類の木工用接着剤の成分比較

熱分解 GC/EI 法による定性分析



接着剤 A, B の熱分解 GC/EI トータルイオンカレントクロマトグラム

- ・ 2種類の木工用接着剤の硬化物 (A, B) を加熱分解装置を搭載した高分解能 GC-TOFMS により分析し、それぞれの接着剤から生成される熱分解物の比較を行いました。
- ・ 酢酸ビニル樹脂側鎖の開裂により生じた酢酸及び酢酸エチル、ベンゼン、トルエン、スチレン、インデン、1,4-ジヒドロナフタレン、ナフタレンなどの芳香族化合物が、共通成分として双方の接着剤から検出されました。
- ・ 少なくとも4種類の成分が接着剤 A のみから検出され、そのうち2種類の成分は、得られたマススペクトル (EI イオン化) を NIST ライブラリデータベース検索を用いることにより、各々 Diethylene glycol dibenzoate, 2,2'-(Ethane-1,2-diybis(oxy)) bis(ethane-2,1-diy) dibenzoate と同定できました。

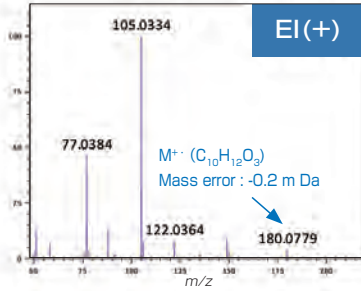


熱分解 + GC-TOFMS (EI イオン化) から得られたデータとデータベース検索を組み合わせることにより、接着剤由来の多くの成分を迅速に同定できました。



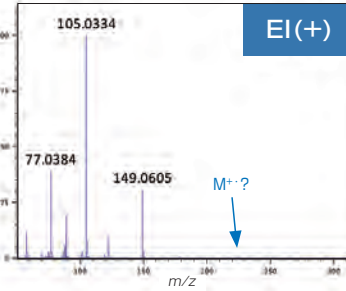
2種類のイオン化法を用いた 熱分解 GC-TOFMS による木工用接着剤由来の未知成分の推定

Component A

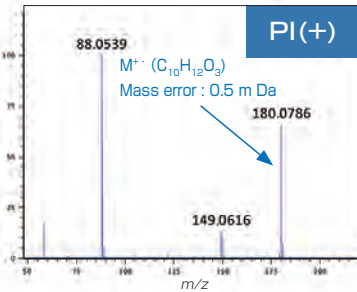


Mass	Formula	Mass error [mDa]	DBE
77.03841	C6 H5	-0.16	4.5
105.03339	C7 H5 O	-0.11	5.5
122.0364	C7 H6 O2	0.17	5
149.06026	C9 H9 O2	0.56	5.5
180.07785	C10 H12 O3	-0.24	5

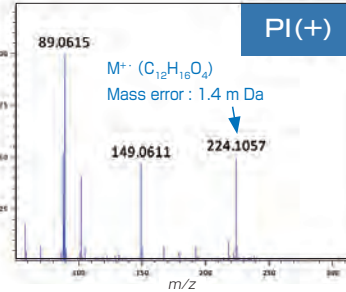
Component B



Mass	Formula	Mass error [mDa]	DBE
77.03842	C6 H5	-0.16	4.5
105.0334	C7 H5 O	-0.07	5.5
122.0364	C7 H6 O2	0.12	5
149.0605	C9 H9 O2	0.75	5.5
179.0721	C10 H11 O3	1.84	5.5
194.0935	C11 H14 O3	-0.27	5



Mass	Formula	Mass error [mDa]	DBE
180.0786	C10 H12 O3	0.51	5



Mass	Formula	Mass error [mDa]	DBE
224.1057	C12 H16 O4	1.36	5

Component A のマススペクトル  
上段：EI 法、下段：PI 法

Component B のマススペクトル  
上段：EI 法、下段：PI 法

- ・ 接着剤 A でのみ検出された 4 種類の成分のうち、ライブラリー検索では同定できなかった 2 種類 (Component A 及び B) の成分について、EI 法及び PI (光イオン化) 法で観測されたイオンの精密質量による組成解析を行いました。
- ・ PI イオン化法で観測されたマススペクトルの分子イオン組成式から分子式を推定しました。
- ・ EI イオン化法で観測されたマススペクトルのフラグメントイオンは構造情報を多く含んでいるため、それらフラグメントイオンの組成式を正確に得ることで構造を推定することが可能になります。



ソフトイオン化法 (今回は PI 法) で得られた分子イオンの精密質量から、その成分の元素組成を推定し、EI 法で観測されたフラグメントイオンから構造を推定することが可能です。  
複数のイオン化法で得られたデータを解析することで、より確実な定性分析が行えます。

## 2-4 瞬間接着剤 (シアノアクリレート系接着剤) の分析

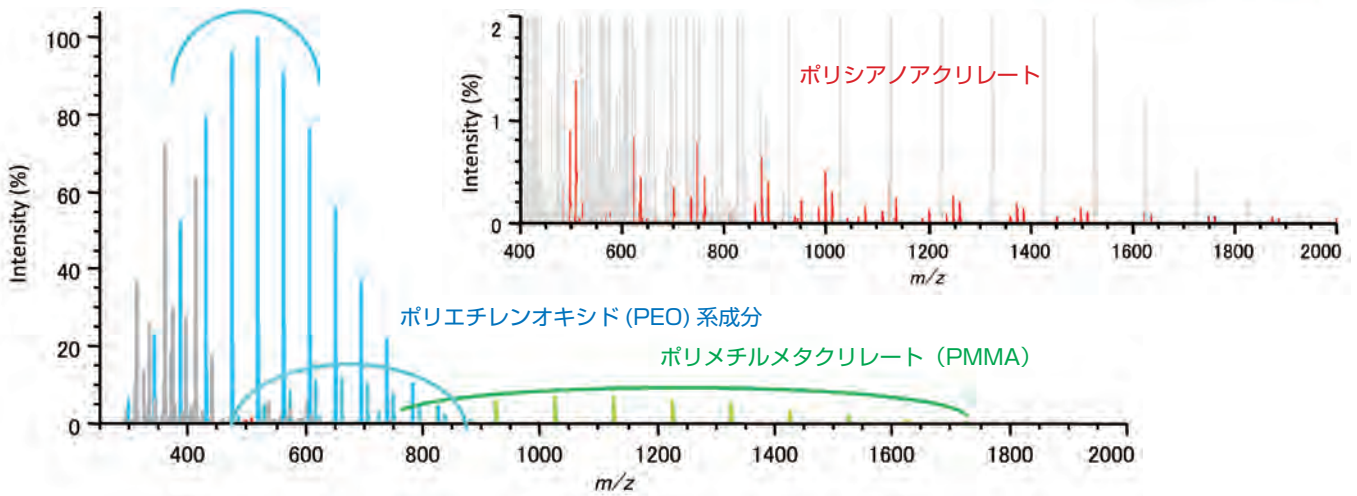
瞬間接着剤として知られているシアノアクリレート系接着剤をアセトンで溶解した試料を高分解能 MALDI-TOFMS により分析しました。



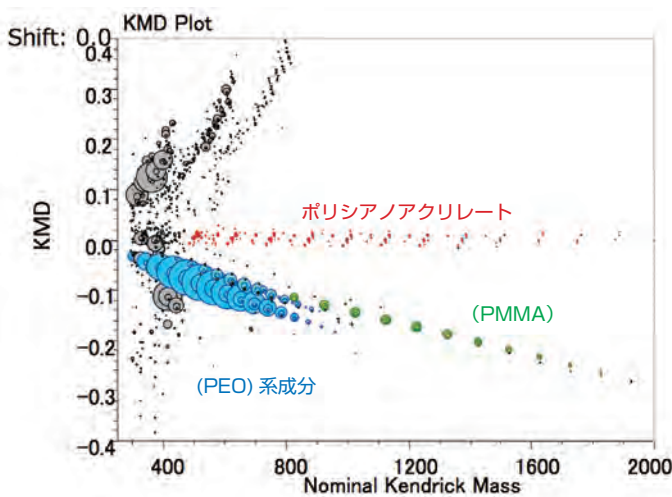
MALDI Spiral-TOFMS

### MS による分析

#### 瞬間接着剤 MALDI マスペクトル



#### 瞬間接着剤の Kendrick mass defect plot



作図ソフト : msRepeatFinder

作図基準単位 : シアノアクリル酸エチル ( $C_8H_7NO_2$ )

マスペクトルには瞬間接着剤中の複数のポリマーのピーク群が観測されました。Kendrick mass defect plot から、接着剤に含まれる微弱なピークで観測された成分を含め、多系列のポリマーの存在や、それらの分子量分布を俯瞰できました。

【参考】 JEOL アプリケーションノート (MSTips No. 220). <http://www.jeol.co.jp/applications/detail/1078.html>

## 2-5 スチレンブタジエンゴム (SBR) の分析

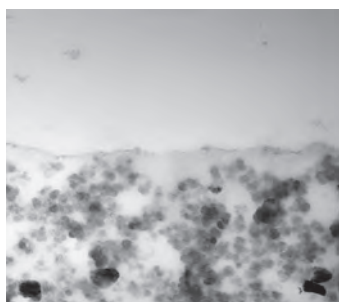
SBR は代表的な汎用ゴムであり、スチレン及びブタジエンを乳化重合させて合成されます。SBR は生産量が最も多い合成ゴムであり、耐熱性、耐摩耗性等に優れた特長を有しているため、その用途も多岐にわたります。

### TEM による観察

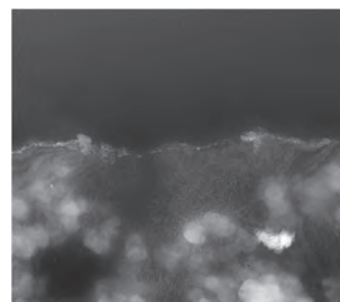
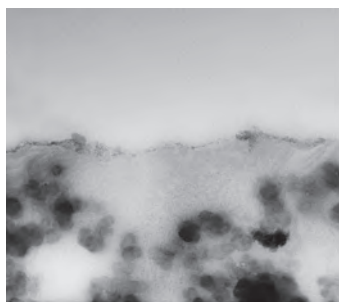
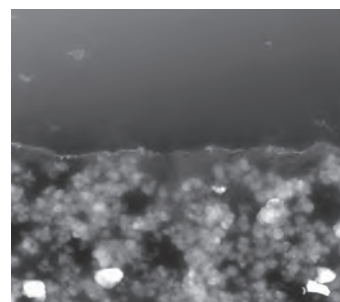
#### TEM 像

ゴムの断面からフィラーの分散状態およびフィラーの元素分析を行いました。

STEM BF 像

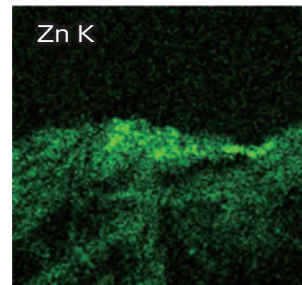
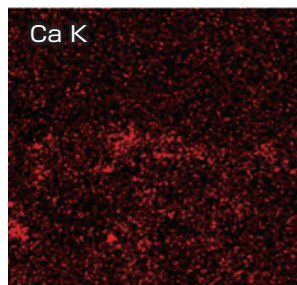
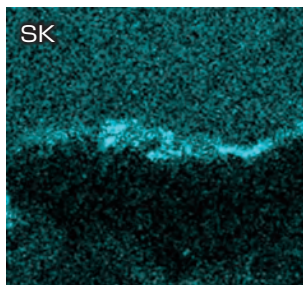
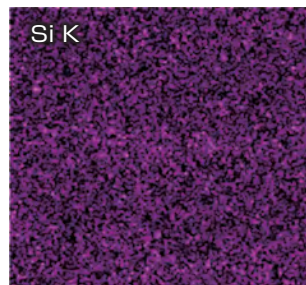
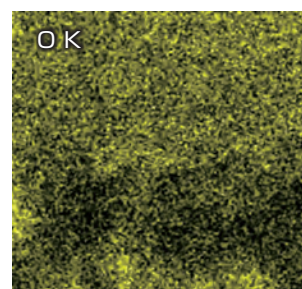
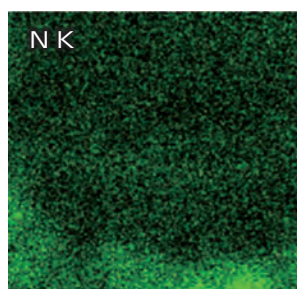
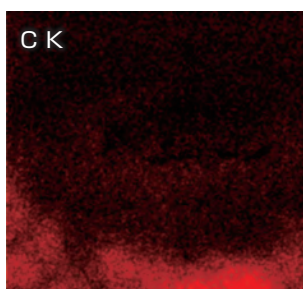
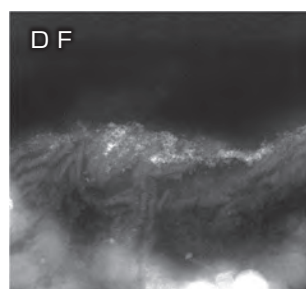


STEM HAADF 像



200 nm

#### EDS による元素分析

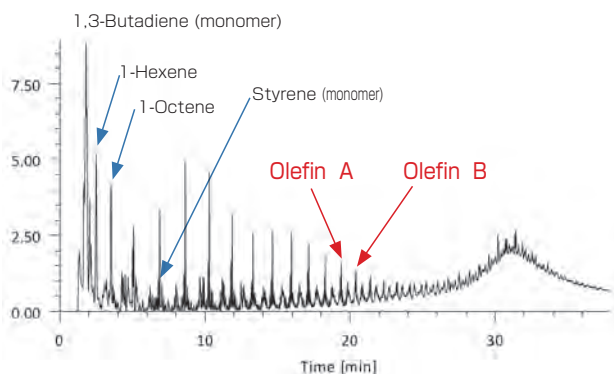


200 nm

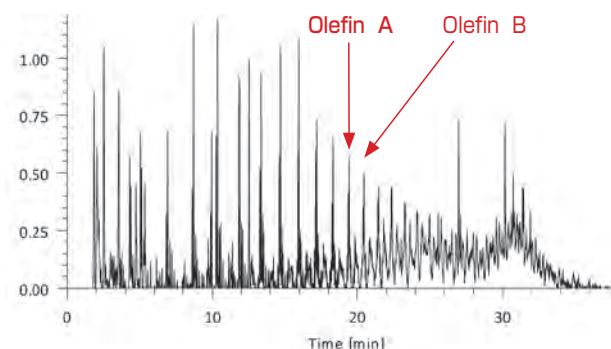
装置 : JEM-2800 @200 kV

試料作製法 : クライオウルトラミクロトーム法

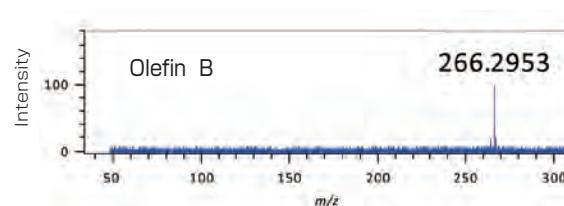
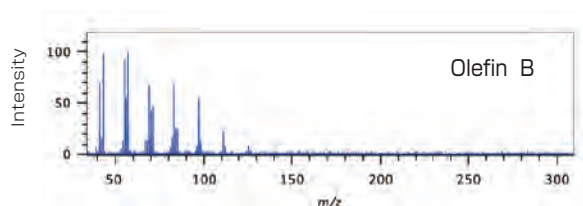
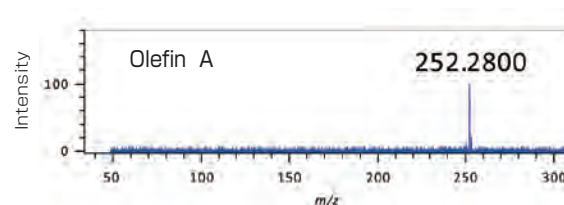
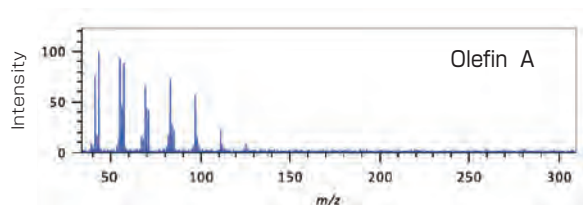
## FIイオン化法を用いた熱分解 GC-TOFMS によるスチレンブタジエン系接着材 (SBR) の分析



熱分解 GC/EI トータルイオンカレントクロマトグラム



熱分解 GC/FI トータルイオンカレントクロマトグラム



Olefin A 及び B の EI マススペクトル

Olefin A 及び B の FI マススペクトル

- ・当初、EI イオン化を用いて SBR の熱分解 GC-TOFMS 測定を行った結果、非常に多くの成分が検出されました。
- ・SBR の熱分解生成物は主に炭化水素系化合物であったため、EI イオン化によるマススペクトルは相互に類似していました。そのため、炭化水素化合物でも分子イオン検出が容易な FI（電界イオン化）法でも測定を行いました。
- ・熱分解 GC/FI データで炭化水素化合物分子イオンの抽出イオンカレントクロマトグラムを作成することで、これらの炭化水素化合物の存在を確認できました。



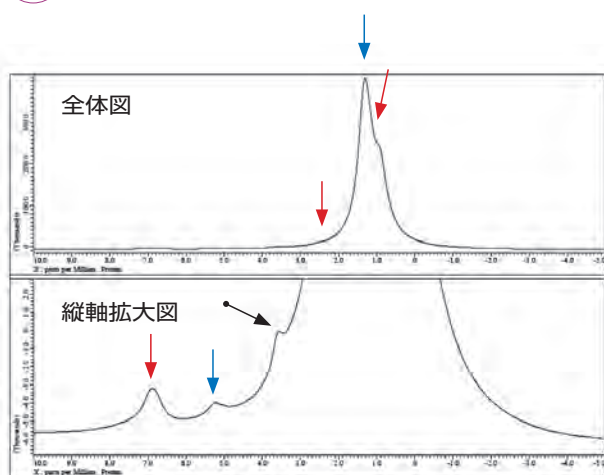
ソフトイオン化法（今回は FI 法）を用いることにより、炭化水素化合物の分子イオンを明確に捕らえることができました。

## NMR による分析

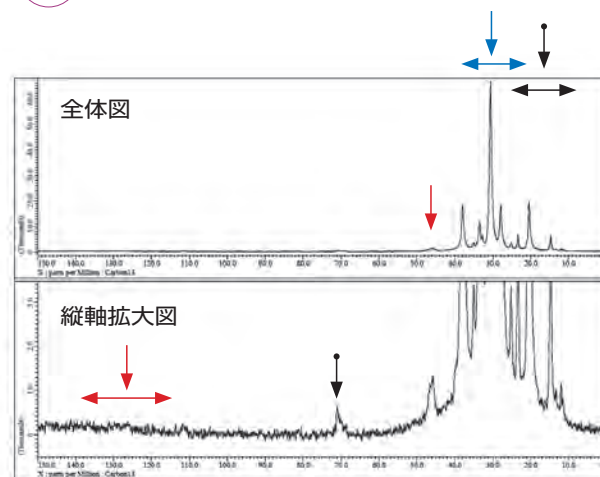


SBR は溶媒に不溶であるため、固体試料をそのまま測定可能な " 固体 NMR 装置 " を用いて測定・解析を行いました。試料は適当なサイズに切り刻み、そのまま固体 NMR 試料管に挿入して測定しました。

$^1\text{H}$ -NMR スペクトル



$^{13}\text{C}$ -NMR スペクトル



測定装置：JNM-ECZ500R + 3.2 mmHXMASプローブ  
 積算回数：64回 ( $^1\text{H}$ -NMR)、10,000回 ( $^{13}\text{C}$ -NMR)  
 繰り返し時間：5秒  
 → スチレン由来、→ ブタジエン由来、→ Unknown



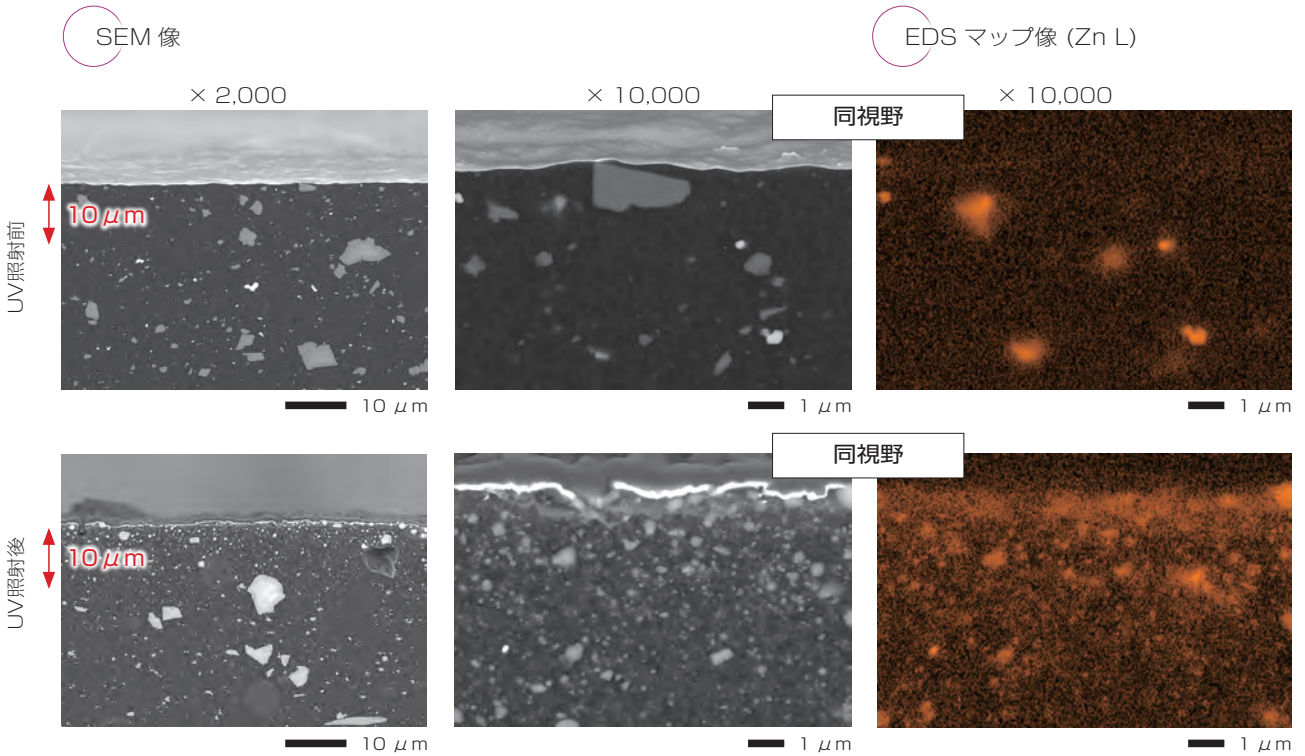
$^1\text{H}$ -NMR および  $^{13}\text{C}$ -NMR からは SBR 由来のピークが観測されました。ピーク幅が広がっているのは、試料中に含まれるカーボンブラックによる影響と考えられます。ピーク強度から、スチレン/ブタジエンなどの成分の比率などの解析が可能です。

# スチレンブタジエンゴム (SBR) に対する UV 照射の深さ方向分析

試料：SBR

1. UV 未照射
2. UV 照射 (2 ヶ月)

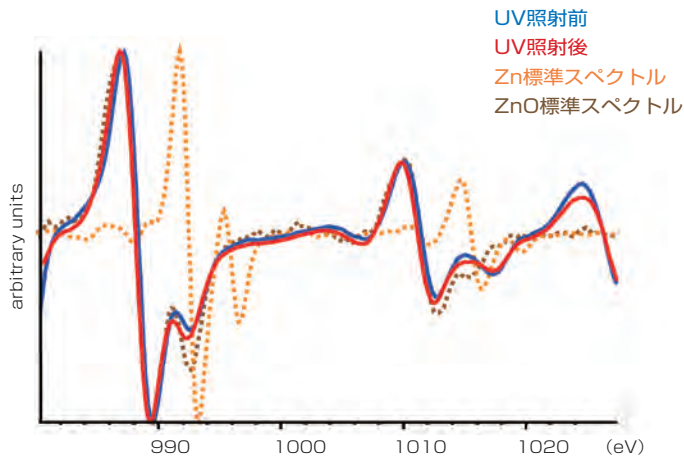
## SEM による分析



SEM および EDS による試料断面の観察から、UV 照射による、試料表面への亜鉛粒子の凝集が確認されました。

## XPS による分析

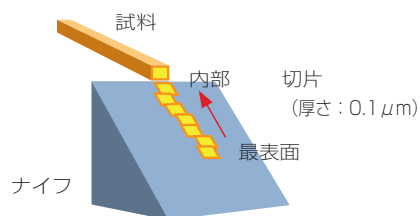
### Zn オージェスペクトル



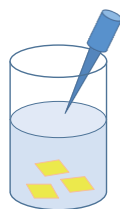
XPS による試料断面の分析から、UV 照射により試料表面に凝集する亜鉛粒子は UV 照射前と同様の化学結合状態であり、標準スペクトルと比較を行うことでほぼ酸化亜鉛であることがわかります。

## MS による深さ方向分析

クライオマイクロトームを用いて、試料表面から厚さ 0.1 μm の連続切片を作製しました。各切片をそれぞれ MS により分析することで、UV 照射の影響がどの程度の深さまでおよんでいるのか調べられます。



クライオウルトラマイクロトームにより試料の最表面から連続切片を作製



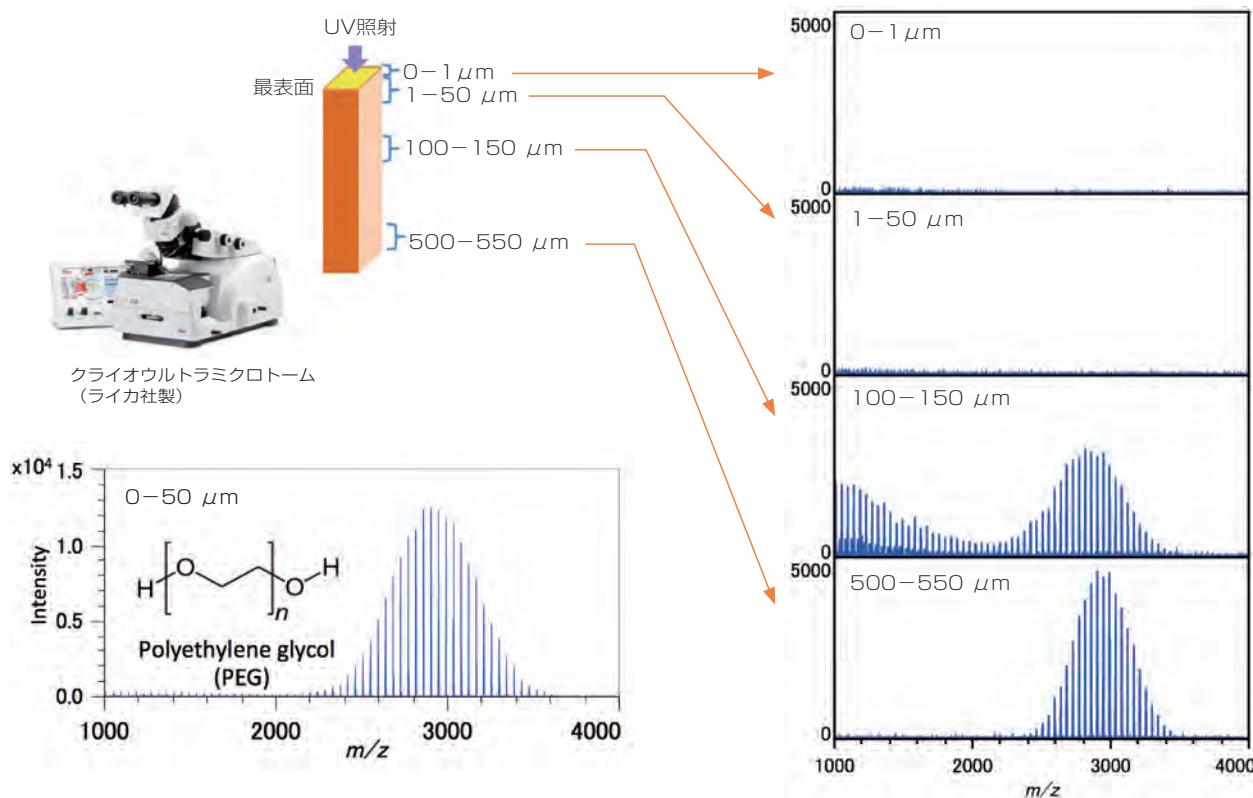
テトラヒドロフラン (THF) に浸漬 (8時間)



THF抽出物を測定  
マトリックス試薬: 2, 5-dihydroxybenzoic acid

### SBR 試料の THF 抽出物の MALDI マススペクトル

UV 照射後



UV 照射前試料の THF 抽出物からは  $m/z$  3000 付近に分布の中心をもつ PEG の 50 - 80 量体が観測され、重合の際に用いられた乳化剤の残存成分であると考えられました。

UV 照射後の試料では、UV 照射面から深さ 50 μm までは全く PEG のピークは観測されず、深さ 100 μm 付近で PEG とその分解物のピーク群が観測されました。

これらの結果から、深さ 100 μm 付近まで UV 照射の影響がおよんでいることが示唆されました。



SEM 観察から、UV 照射による微細構造の変化を確認でき、EDS や XPS による分析結果から UV 照射により凝集した粒子の組成を同定できました。一方、MS による深さ方向分析により、形態観察では確認できなかった UV 照射による化学構造の変化を捉えることができました。

## JEOL が誇る強力なサービス体制 お客様の良きパートナーを目指します・・・ それが私たちの原点です

私たちのサービスは、お客様の装置を常に最良な状態に維持すること。  
いつでも安心してお使いいただけるように装置をきめ細かくサポート致します。  
私たちにできることを常に実践致します。

### パーコール

装置の故障・不具合が発生した場合、お客様からのご依頼によりすみやかに、技術者を派遣、または部品交換を手配致します。

### オーバーホール/整備

劣化・消耗した部品の交換や経時変化による整備及び点検を行います。

### 保守契約

装置性能を定期的に維持し信頼性を確保致します。(定期点検/故障時は優先対応/計画的な予算運用)

### 受託分析

JEOL最新装置のノウハウを駆使して、最良のデータを提供致します。

お客様により良い快適をお届けするために  
様々なサポート体制を備えています。

### 講習

装置性能をフルに引き出していただけるよう豊富なコースで各種講習を行っております。

### 周辺機器販売

装置をさらに使いやすく、分析・計測の幅を広げる周辺機器の販売。

### 設置室環境対策

最高の分析結果を得るために、最新鋭の測定機器で装置の設置場所の環境を調査致します。JEOL独自のノウハウを活かして、最適な設置室をご提案致します。

### 部品販売

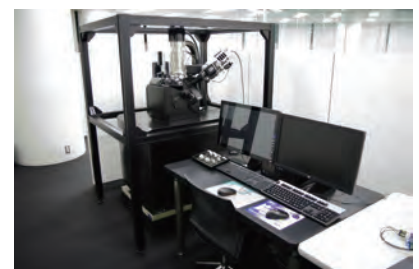
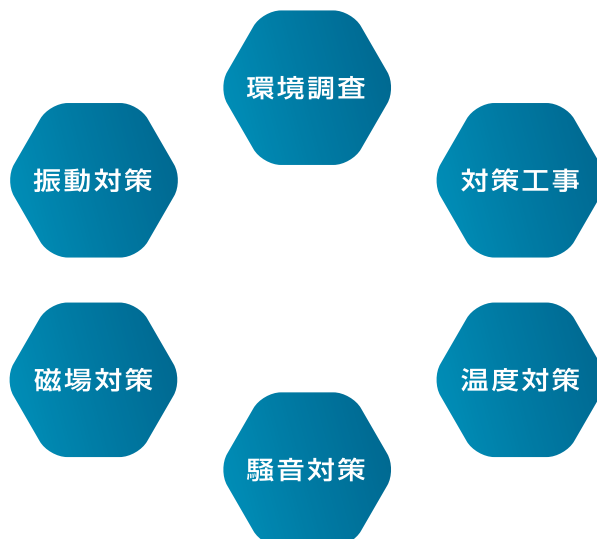
試料作製用材料・備品や装置稼働に欠かせない消耗品のほか、工具類・手袋・一般的な実験用消耗品も豊富に取り揃えております。

## 設置室環境対策・コンサルティング

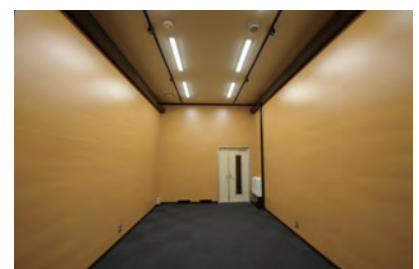
お問い合わせ TEL. 042-542-1193

最高の分析結果を得るために・・・

日本電子にしかできない、お客様の装置に最適な設置室環境のトータルソリューションをご提案いたします。



アクティブ磁場キャンセラー設置例



電子顕微鏡室 木質吸音板施工例



## 受託分析

お問い合わせ TEL. 042-542-1106

分析にお困りのときは、まずはお問い合わせください。

こんなときは?	受託分析	立会い分析	試料作製	講座
データが欲しい	■	■		
レベルアップしたい				■
装置の取扱いに自信がない				■
最新装置でデータを取りたい	■	■		
自分の試料に合った前処理条件を作りたい				■
自分の試料に合った観察条件を作りたい				■
難しい試料作製を依頼したい			■	
試料作製～観察まで一連の流れを学びたい				■
一緒に見ながら分析したい		■		
他に良い分析・測定方法ってないの?	■	■		
専門家に任せたい	■		■	
時間がない	■		■	
分析装置がない	■	■		
装置が混んでいて使えない	■	■	■	
前処理装置がない			■	

### 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も応じます。分析・測定のみでもお受けします。

### 立会い分析

お客様と一緒に分析・測定いたします。

専任のオペレーター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、時間内での試料数に制限はありません。

### 試料作製

最新機器を用いて試料作製をいたします。

試料作製の問題(設備がない、難しい、時間がない)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いたします。

## 講習

お問い合わせ TEL. 042-544-8565

弊社の装置をご使用のお客様に装置の性能をフルに引き出していただけるよう、昭島本社にて定期講習会を開催しております。

お客様の多様なニーズに合うように豊富なコースが準備されており、効果的に必要な知識・技能を習得していただくことができます。

**定期講習** 毎月開催される定期講習

**出張講習** お客様の環境で講習



## パーコール

装置の故障・不具合が発生した場合、お客様からのご依頼によりすみやかに、技術者を派遣、または部品交換を手配致します。

## オーバーホール/整備

劣化・消耗した部品の交換や経時変化による整備及び点検を行います。

## 年間保守契約

定期的な装置メンテナンスと緊急時は迅速な装置復旧を行います。  
お客様に最適なトータルソリューションをご提案するため、年間保守サービスをご用意しています。  
年間契約により、一定料金でご満足いただけるサービスをご提供いたします。

### 01 スピード

- コールセンターシステムにより集中受付を行い、全国サービスネットワークにて迅速なお客様対応を行います。弊社コールセンターシステムでは保守契約のお客様を自動的に判断する事ができ、緊急に発生しました装置故障に対しては、最優先でのサポートをいたします。
- トラブル解決時間短縮のため、トラブル対応エスカレーションシステムを構築しています。

### 02 サービス品質

- 弊社保守点検作業はISO9001、ISO14001の統合マネジメントシステムの認証を受けています。
- 定期点検整備(予防保全)により、安定した装置性能(分解能、分析感度)を維持し、装置故障を未然に予防する事ができ、装置稼働率向上、装置延命となります。適正な定期点検整備の証明として「定期保守点検表/完了報告書」をご提出いたします。
- 本社研修機関にて総合トレーニングを受けた、認定技術者によるサービス対応を実施いたします。



### 03 予算計画

■保守契約料金には定期保守点検費用、緊急対応費用、故障部品費用が含まれており、突然の故障による高額なSWAP部品費用、修理費用が発生せず、計画的な予算運用が可能となります。

■装置の稼働率向上が図られ、お客様の研究の遅延、検査工程の遅延による、損失コストの増加を防止することができます。

JEOL Maintenance Programには各種プランをご用意しています。

	基本契約I	基本契約II	限定契約	3年間サポート契約 <sup>※1</sup>
定期点検	年2回	年1回	年1回	年1回
随時保守	全て保証	全て保証	全て保証	全て保証
交換部品	全て保証	全て保証	単価10万円以上は有償 <sup>※2</sup>	全て保証

※1：対象機種限定となります。 ※2：限定契約の交換部品については機種により条件が異なります。

**3年間サポート契約を特別割引価格でご用意しています。**

### 04 年間保守契約の特典

■電話、E-Mailでのタイムリーなコンサルタントサービス員による的確なアドバイスと技術サポートを提供します。装置オペレーターの方が代わられた際、装置取り扱い説明に関するご相談をお受けいたします。

■JEOL主催の定期講習会に年1回1名様に限り無料での受講をいただけます。(機種により、定期講習会が開催されない場合がございます)

■JEOL主催の各種セミナーへ年1回1名様に限り無料でご招待をいたします。(MSセミナー、SEM・EDSセミナー、その他)

■装置移設工事、設置室調査、その他契約工事につきましては、特別価格にてお受けいたします。

■PCのオペレーションシステム、PCのアップグレードについて特別価格にてご提供いたします。

■装置周辺機器、環境対策を含めたトータルソリューションをご提案します。

■トータルアプリケーションのご相談をお受けします。

■お客様の装置をリモートサポートで支援します。(対象機種限定となります。)

### 周辺機器販売

装置の性能をさらに発揮するさまざまな機器。

日本電子では、電子顕微鏡、分析機器などに関連する周辺機器を取り扱っております。

電子顕微鏡での観察や分析に成果をあげる試料作製装置をはじめ、画像処理装置、分析関連の付属装置やデータ処理ソフトウェアなど多くの関連製品を用意しています。



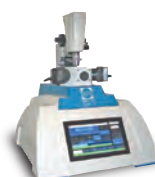
クロスセクションポリッシャー™



ウルトラマイクローム



断面試料作製装置



精密イオンポリッシングシステム



熱分解総合システム

### 物品販売

お客様のニーズに応じた、高品質な消耗品、本体部品の提供。

電子顕微鏡(TEM/SEM/EPMAその他)、分析機器における試料作製用材料、備品、消耗品(遮蔽板、ダイヤモンドナイフ、コーティング用材料、その他)、装置稼働に欠かせない消耗品(フィラメント、試料載台、キャピラリーカラム、カンチレバー、フィルムその他)また工具類、手袋、一般的な実験室用消耗品も豊富なラインナップでご提供しております。パーツカタログのご用命につきましては総合コールセンターまでお願いします。



パーツカタログ



K型フィラメント  
(透過/走査電子顕微鏡)



ダイヤモンドナイフ



フィラメント  
(質量分析計)

掲載製品の外観・仕様は改良のため予告なく変更する場合があります。  
このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

# JEOL 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 TEL: 042-543-1111(大代表) FAX: 042-546-3353  
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13F  
営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577

EO営業推進室 TEL: 03-6262-3567 AI営業推進室 TEL: 03-6262-3568  
産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 MEソリューション販促室 TEL: 03-6262-3571

東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18F TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588  
東京 S11グループ TEL: 03-6262-3581 東京 S12グループ TEL: 03-6262-3582 東京 S13グループ TEL: 03-6262-5586  
ME営業グループ TEL: 03-6262-3583

東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴春ビル9階  
SE営業部 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098

横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市長北区新横浜3丁目6番4号 新横浜千歳観光ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階 TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305

仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階 TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202

筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井18番1 TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639

名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階 TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887

大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階 TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377

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丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル1階 TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105

広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階 TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611

高松支店 〒760-0023 香川県高松市寿町1-1-12 パシフィックシティ高松5階 TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709

福岡支店 〒812-0011 福岡市博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階 TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649

海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo ほか