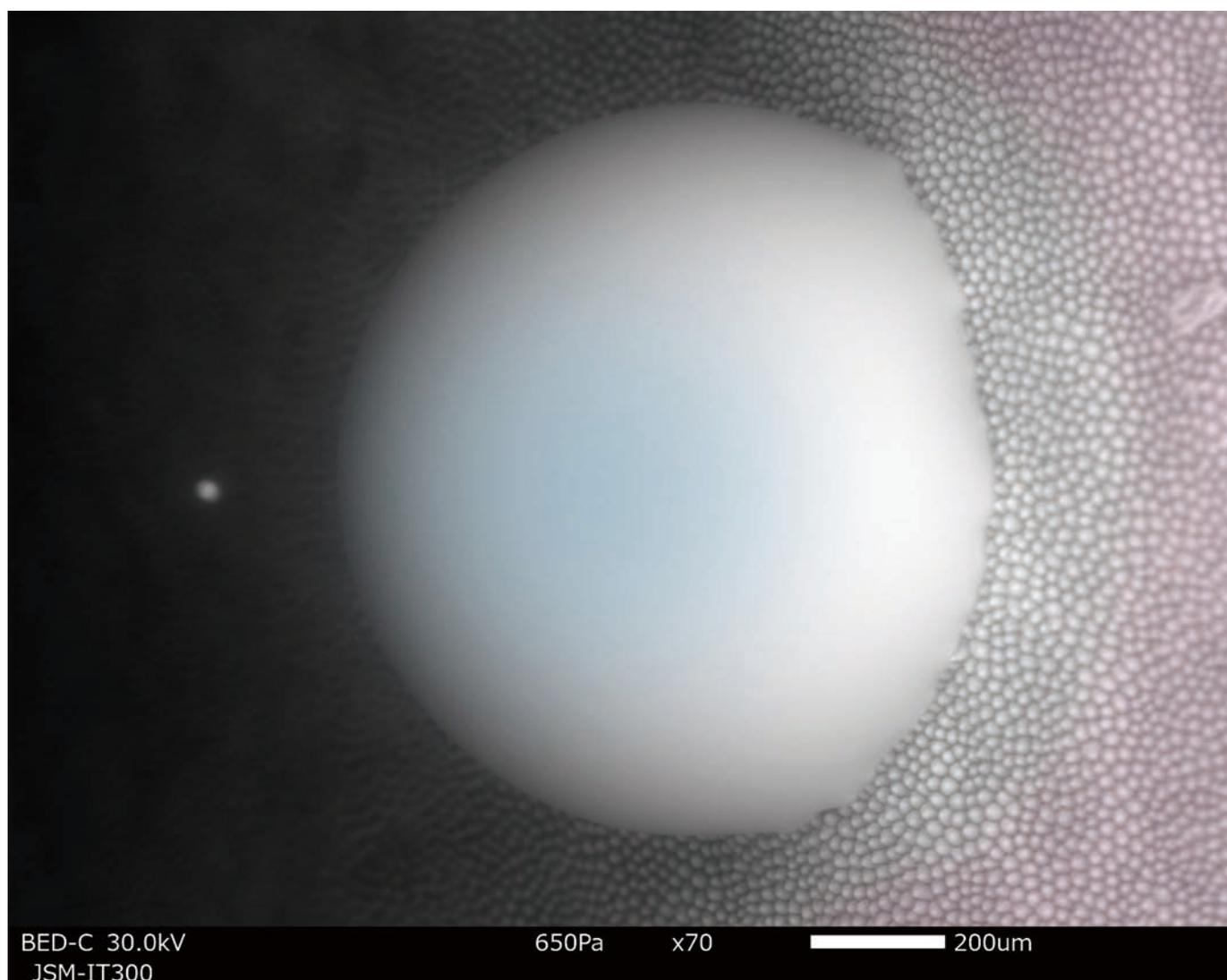


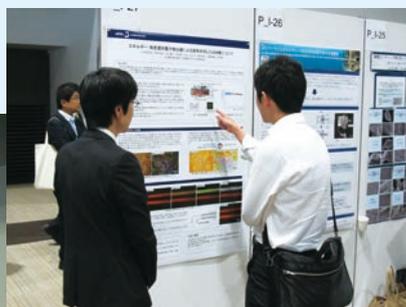
SOLUTIONS NEWS

No. 108

- トピックス
- JEOL INFORMATION
- 製品紹介 ・大気圧イオン化高分解能飛行時間型質量分析計 —JMS-T100LP AccuTOF LC-plus 4G—
- 技術情報 ・原子分解能電子顕微鏡用の高安定化ハイスルーブットチャーの開発
- 講習会スケジュール



『日本顕微鏡学会・第72回学術講演会』 出展のご報告



日本顕微鏡学会第72回学術講演会が6月14日(火)～16日(木)の3日間仙台国際センターにて開催されました。合わせて市民公開講座が6月12日(日)東北大学で行われ、卓上走査電子顕微鏡【JCM-6000Plus】による顕微鏡体験ワークショップを行い、中学生から一般の方まで多数参加頂きました。

期間中の6月14日(火)には財団法人風戸研究奨励会第九回「風戸賞」受賞講演が開催され、バーゼル大学 川井茂樹様/ジョンス・ホプキンス大学 渡辺重喜様 2名がご講演されました。

6月15日(水)には瀬藤賞を受賞した、弊社イギリス法人 沢田英敬が講演を行いました。瀬藤賞(日本顕微鏡学会 学会賞)は顕微鏡の基礎及び応用研究ならびに技術の進歩発展に関する功績を顕彰するために設けられた賞です。

また学会中に行われた写真コンクールではSM事業ユニット 井上雅行の「バラの花びら上の水滴」が最優秀作品賞を受賞しました。

6月14日(火)と16日(木)にはランチョンセミナーにて「JEM-F200 多機能電子顕微鏡とJEM-ARM200F ACCELARMの紹介」「新世代マルチパーパスFE-SEM JSM-7200Fの革新的技術」「軟X線による深さ状態分析と定量分析」というテーマで新製品を中心とした講演を行い、各日とも80名以上のご参加を頂きました。

展示ブースでは原子分解能電子顕微鏡【JEM-ARM300F(GRAND ARM)】の実物大のモックアップを展示するとともに、卓上走査電子顕微鏡【JCM-6000Plus】・走査電子顕微鏡【JSM-IT100】を使ったデモンストレーションを行い、来場者の方に実際の操作性を体感頂きました。

会期中は多数のお客様にご来場頂きまして、厚く御礼申し上げます。

次年度は札幌市「札幌コンベンションセンター」にて開催します。

表紙:バラの花びら上の水滴 [A water droplet on the rose petal] 【日本顕微鏡学会第72回学術講演会 写真コンクール最優秀賞受賞作品】

無処理のバラの花びらの上に水滴を滴下し、Aqua Cover法を用いて観察しました。水分を多く含むためSEMでは観察の難しいバラの花びらの表面形状だけでなく、水滴さえもしっかりと観察できていることがわかります。花びらに撥水効果をもたらすための小さな規則正しい凹凸が、自然の神秘と偉大さを感じさせてくれます。

撮影装置: JSM-IT300 (Aqua Cover法を用いて撮影)
試料: 無処理のバラの花びら上に0.5 μ Lの水滴を滴下
条件: 低真空モード(650 Pa)、Aqua Cover法、反射電子像

質量分析計 オーバーホール早割キャンペーンのご案内

ご愛用の装置ごとにメンテナンスメニューを選べるコースを設定しました。じっくり診断・メンテナンスが出来るPremiumコース(2~4日間)、必要な項目だけをメンテナンス!無駄が省けるSelectedコース(2~3日間)、これだけは外せない点検のみで短期にお手軽に!Regularコース(1日)。幅広いコースをご用意いたしました。さらに今回のキャンペーンでは、10%のお値引きを実施いたします。是非、この機会にご検討ください。

コース名	メンテナンスメニュー	費用
MSD100000	点検・調整・交換部品	¥402,366
MSD100000	点検・調整・交換部品 + 送料・消費税	¥462,000
MSD100000	点検・調整・交換部品 + 送料・消費税 + 出張費	¥511,700
MSD100000	点検・調整・交換部品 + 送料・消費税 + 出張費 + 出張料	¥561,400

※詳細はホームページ(<http://www.jeol.co.jp>)にてご確認ください。

セミナー開催のご案内

第19回実践マススペクトロメトリーセミナー

質量分析は新しいイオン化技術、イオントラップやTOFMSなどの質量分離装置が出現し、その応用はますます拡大しております。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戸惑いや疑問を感じている方も増加しています。このセミナーでは基本に戻り、スペクトルの読みかたから始まり、EI、ESI、MALDIなどのイオン化法の基礎知識、最新の装置について学びます。講義のなかで質疑応答や演習問題を取り入れ、理解を深めていきます。皆様のご参加をお待ちしております。

と き : 2016年9月13日(火)-9月14日(水)
 ところ : 化学会館 7階ホール
 講師 : 高山 光男先生(横浜国立大学)
 定員 : 50名
 参加費 : 49,680円(税込)

お問い合わせは

日本電子株式会社フィールドソリューション事業部
 フィールドソリューションビジネス本部
 担当: 山本(やまもと)/益田(ますだ)まで
TEL:042-526-5095 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。

「SEM/EDSセミナー」開催のご報告

2016年5月~7月にかけて、大阪・名古屋・福岡・仙台・東京で「SEM/EDSセミナー ~SEM・EDS操作入門編~」を開催いたしました。今年には名古屋でセミナーを初めて行いました。お客様から好評をいただき「来年も是非開催してほしい」とご要望をいただきました。SEM入門編では、観察実例を元に留意点を細かく説明しました。EDS入門編では、正しい分析をするために必要なポイントを中心に操作方法を説明しました。質疑応答の場面では多くのご質問をいただき、お客様の関心の高さを伺うことができました。展示コーナーでは、前処理に必要な周辺機器や部品などの最新情報をパネルやカタログを用意してご案内いたしました。名古屋・福岡では初めて装置の実機展示を行いました。弊社製品JCM-6000PLUSを展示しました。こちらもお客様にご興味を持って見ていただくことができました。

【プログラム】

- ・SEM入門編/観察時の留意点
- ・EDS入門編/正しい分析をするために大切なポイントと操作方法

【開催日程】

- 大阪会場 2016年5月26日(木)
 名古屋会場 2016年5月27日(金)
 福岡会場 2016年6月06日(月)
 仙台会場 2016年6月24日(金)
 東京会場 2016年7月13日(水)・
 14日(木)・
 15日(金)



シンプル・堅牢・オールラウンド

AccuTOF LC-plus 4G

AccuTOF LC シリーズの第3世代機である AccuTOF LC-plus 4G は、シンプル・堅牢かつオールラウンドな大気圧イオン化高分解能飛行時間型質量分析計です。LC/MS 用イオン源として最も広く使われているエレクトロスプレーイオン源に加えて、JEOL 独自のイオン化技術である DART (Direct Analysis in Real Time)、ColdSpray を搭載することにより、幅広い分野にソリューションを提供します。

DART (Direct Analysis in Real Time)

アンビエント質量分析のパイオニア JEOL

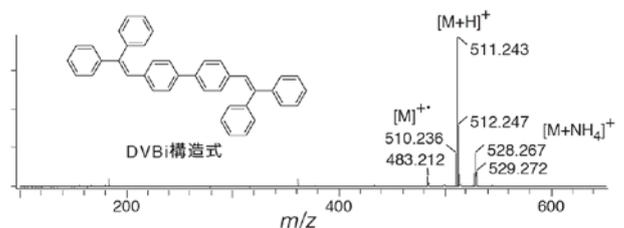
DARTイオン源(オプション)を装着することにより、様々な形態・状態の試料を前処理無しで直接分析できます。DARTは2003年に日本電子の米国法人 JEOL USA, Inc. の質量分析応用研究室で産声を上げました。後にアンビエントイオン化法と呼ばれることになった一連の新しいイオン化法の中で、最も早く発明・商品化(2005年)しました。

AccuTOF LC-plus 4G + DART:
最強のコンビネーション

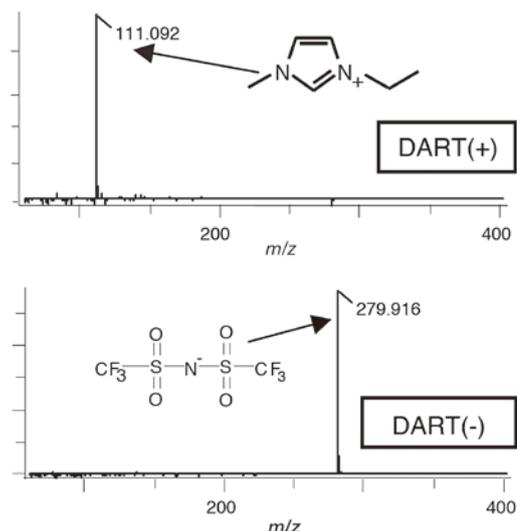
DART イオン源は AccuTOF 上で開発されました。AccuTOF LC-plus 4G に装着することで、最高のパフォーマンスを発揮します。堅牢で高容量な真空排気システムにより、DART を装着するために特別なインターフェースを追加する必要はありません。このため AccuTOF LC-plus 4G と DART イオン源のコンビは、低極性から高極性まで、幅広い試料を分析することができます。また、キャリアオーバーも極小に抑えられています。



低極性化合物：有機エレクトロルミネッセンス材料



高極性化合物：イオン液体



間型質量分析計 — JMS-T100LP AccuTOF LC-plus 4G —

LC/MS

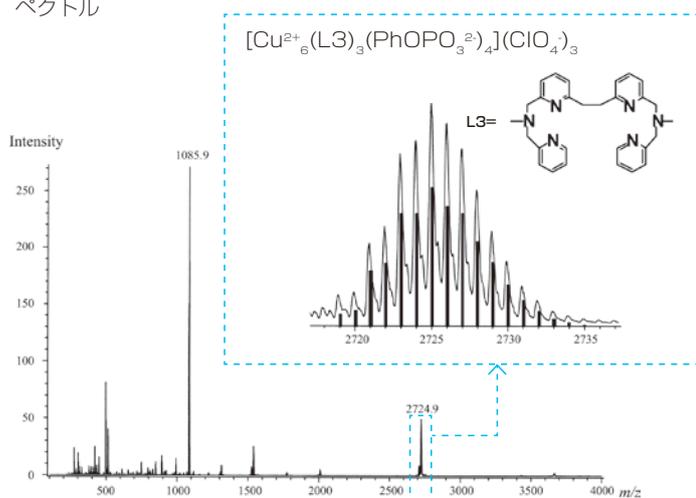
AccuTOF LC-plus 4G はシンプルで堅牢な LC/MS システムです。標準装備されている直交型エレクトロスプレーイオン源に加え、大気圧化学イオン源（オプション）を構成することで、幅広い LC/MS アプリケーションに対応します。オートインジェクションバルブ（オプション）によって精密質量測定用の内部標準試料の導入を自動化し、精密質量測定をルーチンで行うことができます。

ColdSpray

ColdSpray イオン源（オプション）を装着することにより、自己組織化超分子、ある種の有機金属錯体、短鎖の二重鎖DNAなど、極めて熱分解し易い試料を分析することができます。

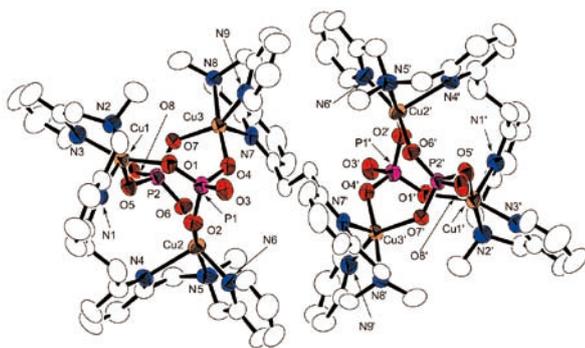
ColdSpray イオン化法は徳島文理大学香川薬学部・山口健太郎教授らにより開発された手法であり、科学技術振興事業団（JST）のプロジェクトの成果のひとつです。

六核銅錯体のアセトニトリル溶液中 -30°Cにおける ColdSpray マスペクトル



（データ提供：同志社大学理工学部・小寺政人教授）

錯体 $[Cu^{2+}_6(L3)_3(PhOPO_3^{2-})_4]$ の ORTEP 図

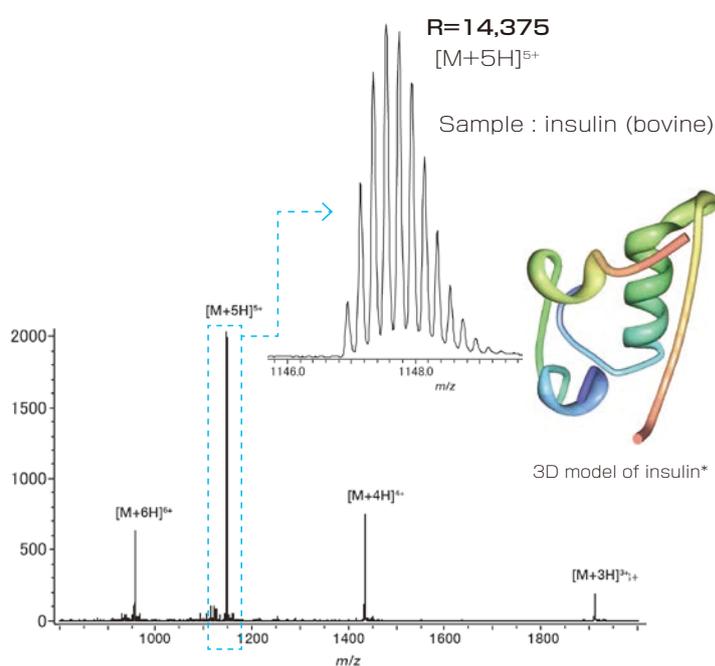


High response detector

更に応答性を高めたハイスピードかつ高感度な MCP 検出器ユニットにより質量分解能が向上。

High speed digitizer

従来機種から大幅に性能向上した 4 giga samples/s のデジタルイザー（ADC）と高性能データ取得システムにより広いダイナミックレンジと高速データ記録（最大 50 スペクトル/秒）を実現。



*Image of RCSB PDB (www.rcsb.org) ID 4IHN (Pechkova, et al., A Review Of The Strategies For Obtaining High Quality Crystals Utilizing Nanotechnologies And Space) created with Protein Workshop (Moreland, et al. (2005) BMC Bioinformatics 6:21).

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。

はじめに —高精度温度制御の必要性—

取差補正された原子分解能STEM/TEMでは50 pmを下回る像揺らぎすらも検出される。顕微鏡を構成する金属材料の熱膨張率は 10^{-5} のオーダーにあり、温度変化量が 0.1°C のとき、mmサイズの構造はnmオーダーで熱膨張する。したがって、熱的な安定性の向上は長時間にわたる観察・分析に不可欠な技術要素である。熱的な不安定性は、観察像の位置変動だけではなくフォーカスや非点の変動をもたらし、観察のスループットを損ねる原因になる。

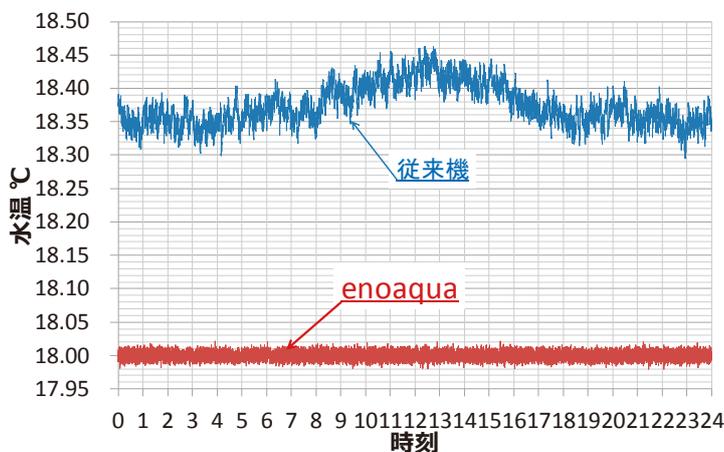
透過型電子顕微鏡(TEM)の各レンズの冷却には、循環水は不可欠であり、循環水の温度変動は、顕微鏡を構成する各部材の熱変形に直結するため、その安定化は非常に重要である。

そこで、我々は電子顕微鏡の高分解能化、また、半導体・充電池開発・バイオなど、各産業分野における観察・分析の高スループット化のニーズに応えるため、新たに冷却水循環装置を開発した。

金属および合金の線膨張率の例 ($\times 10^{-6}$ [K^{-1}], 室温における値)

鉄	11.8
アルミニウム	23.1
銅	16.5
ベリリウム	11.3
タングステン	4.5
炭素鋼	10.7
ジュラルミン	21.6
真鍮	17.5
ベリリウム銅	17.6
SUS316	16.2

高精度冷却水循環装置 enoqua の外観およびTEM実装時の水温の安定度(従来機比)



TEM実装時における送水温度の時間変化の比較例(24時間の生データ)

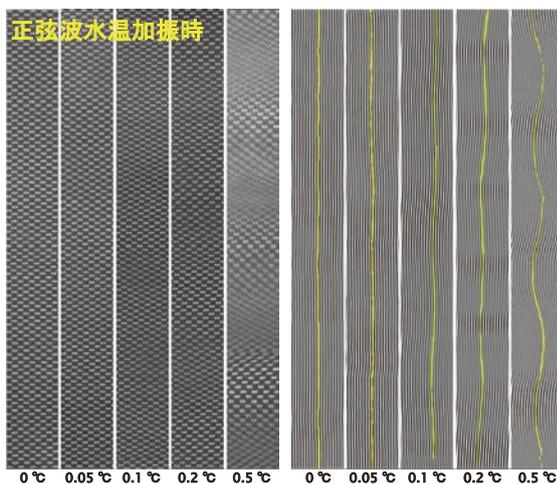
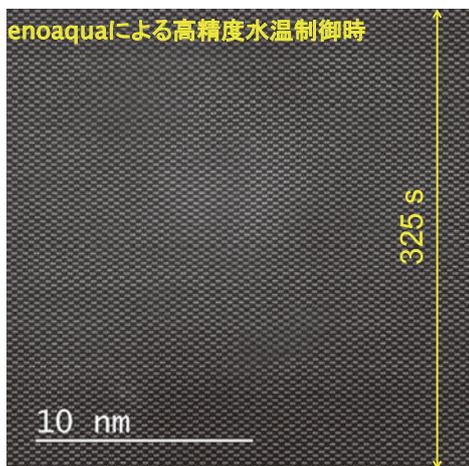
JEM-ARM300F(GRAND ARM)実装評価 長時間取得STEM像

冷却水温の変動は像の位置変動だけではなく、フォーカスや非点の変動を引き起こした。例えば、像の位置変動に対しては、複数の高速スキャン像を、ドリフト速度に応じて重ね合わせるなどの方法で、ある程度の補正(画像処理)が可能である。しかし、フォーカスや非点の変動を、画像処理によって補正することは不可能である。したがって、安定した高分解能の観察・分析を行なうためには、

冷却水温が十分に安定していることが必須条件である。

また、装置が24時間、常に安定していれば、結果として観察・分析のスループットを高めることができる。

なお、ARM300Fでは、TEM側にも高安定化のための技術が新規に導入されており、それらによる安定度への貢献があることも申し添えておく。

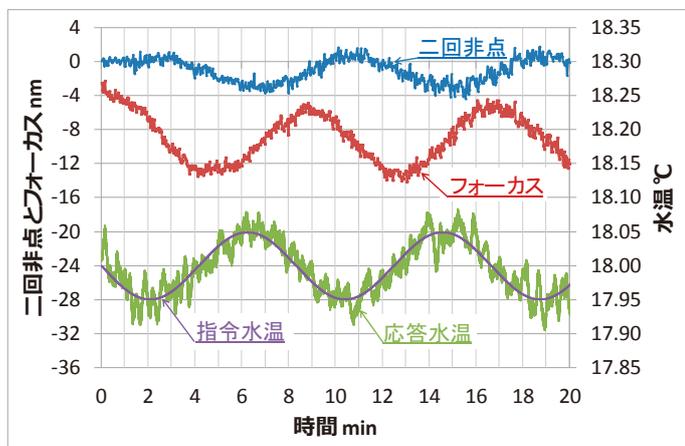


- 像取得条件
- ・加速電圧 300 kV ・スポットサイズ: 8C
 - ・スキャンスピード: 19 $\mu\text{s}/\text{pixel}$, 4 k \times 4 k pixel (像取得時間: 325 s)
 - ・撮影場所: ARM300Fデモ場(磁場キャンセラ、室温制御用輻射パネル装備)

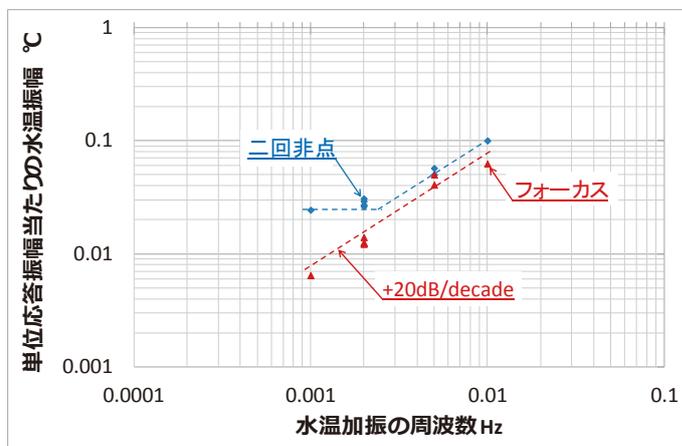
enoqua 搭載時の安定したSTEM像(Si [110])と、正弦波水温加振の影響の例 (左:通常的水温制御時、中央: 正弦波水温加振 (周期: 100 s) を行ない水温振幅[各像の下部に記載]を変化させたとき、右: 中央の像の水平方向の像移動量を抽出したもの)

定化ハイスルーブットチラーの開発

正弦波水温加振時のTEM像のフォーカスと非点



冷却水温を正弦波的に変動(周期:500 s, 振幅0.05 °C)させたときのTEM像の二回非点とフォーカス変化の例

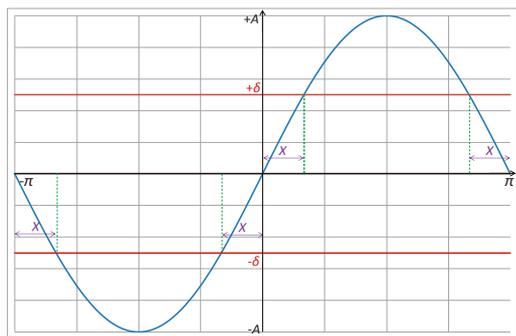


TEM像における二回非点およびフォーカスそれぞれに対し、単位変化量を与える水温振幅の周波数特性例

観察・分析のスルーブットへの影響

観察・分析に影響を与える各パラメータ(非点やフォーカス)の許容値を δ とし、正弦波的な冷却水温変動に対して各パラメータが $A \cdot \sin(\omega t)$ で変化したとする。

長時間で1つの観察・分析データを取得する場合ではなく、短時間のデータ取得を連続的に行なう場合を考える。 $A \leq \delta$ の場合は、観察・分析のスルーブットは1であるが、 $A > \delta$ の場合は、観察・分析に不適切な時間が発生し、スルーブットが低下する。この不適切な時間範囲では観察・分析の精度が不適切になるか、あるいは影響するパラメータ(非点、フォーカス)を再調整する必要がある。

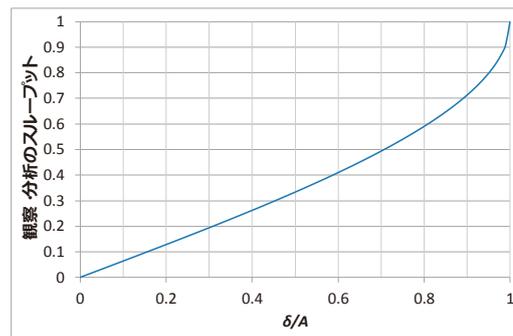


パラメータ変動の許容値 δ に対して、 $A \cdot \sin(\omega t)$ の正弦波変動が発生した場合の、観察・分析スルーブットの見積もり方法

下左図において、 $A \cdot \sin(x) = \delta$ となる x を用いれば、観察のスルーブットは、

$$4x/2\pi = (2/\pi)\sin^{-1}(\delta/A)$$

で求められる。これを右下の図で示した。この評価指標であれば、スルーブットは変動の周波数に依存しない。例えば、 A がわずかに δ を超えている $\delta/A = 0.9$ のときでさえ、スルーブットは71%に低下する。したがって、連続的な観察・分析のスルーブットに変動による影響が及ばないようにするためには、 $A \leq \delta$ の条件が適切であり、この条件を満たす程度に水温変動の振幅を小さくすることが必要である。



δ/A に対する観察・分析のスルーブットの見積もり計算

まとめ

電子顕微鏡の熱的安定性を改善し、観察・分析を安定化・ハイスルーブット化するために、新たな冷却水循環装置を開発した。温度制御系や熱交換器の構造を改良した結果、当社従来機の仕様に比較し、1時間当たりの温度ドリフトで1/10、1分間当たりの温度変動で1/2という高い性能を達成することができた。本チラーは、高分解能、高スルーブットの観察・分析

に大いに貢献できる。なお、本冷却水循環装置は、ハイエンドTEM用に開発され、加速電圧の切り替えにともなう発生熱量の変化に対応が可能である。したがって、熱負荷の少ない低加速電圧(15 kVなど)のTEMにも、そのまま適用できる。また、現在保有されているTEMに対してもレトロフィットが可能であり、老朽化したチラーの置き換え需要にも対応可能である。

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 先端環境技術センター
〒196-0022 東京都昭島市中神町1156番地 FAX:042-542-4069

TEL:042-542-1193

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	8月	9月	10月	11月
TEM	① 透過電子顕微鏡入門	半日	TEMの基礎知識	-	-	-	-
	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	-	15-16	20-21	17-18
	④ 2100F標準	3日	基本操作講習	17-19	14-16	12-14	9-11
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	-	12	12	9
	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	13-14	10-11
SEM	① 走査電子顕微鏡入門	半日	SEMの基本原理・操作実習	-	-	-	-
	② FE-SEM標準	3日	FE-SEMの原理と操作技術を習得	17-19	13-15	12-14	16-18
	③ W-SEM標準	3日	SEMの基本知識・基本操作	8-10	6-8	5-7	9-11
	④ LV-SEM標準	1日	LV-SEM基本操作	-	9	-	-
	⑤ EDS分析標準	2日	JED-2300EDS基本操作	25-26	-	27-28	24-25
	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	27-28	25-26	29-30
EPMA	① EPMA短期	4日	EPMAの原理・基本操作実習	-	27-30	-	-
	② 定性分析標準	4日	JXA-8000シリーズEPMA基本操作	-	-	18-21	-
	③ 定量分析標準	2日	JXA-8000シリーズ定量分析基本操作	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	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	8月	9月	10月	11月
SEM	W-SEM標準	2日	SEMの基本知識・基本操作	30-31	-	-	-
	EDS分析標準	1日	JED-2300EDS基本操作	-	1-2	-	-

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	8月	9月	10月	11月		
NMR	初級	NMRビギナーズ	1日	NMRの基礎知識の整理	-	-	4	-	
		構造解析初級	1日	1D/2D解析の基礎知識と演習	-	-	5	-	
		定量NMRビギナーズ	半日	定量NMRの基礎知識の整理	-	-	19	-	
	基本	Ver.4	溶液NMR基本 1st	2日	1D/2Dの基本操作(¹ H, ¹³ C)	23-24	-	-	8-9
		Ver.4	溶液NMR基本 2nd	1日	位相検出2Dの基本操作(¹ H, ¹³ C)	25	-	-	10
		Ver.4	固体NMR基本	2日	固体NMR測定の基本操作	-	-	-	-
		Ver.4	拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点	-	13	-	-
	Ver.4&5	基本	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	-	-	-	-
			NOESY(1D&2D)	1日	NOE測定の実操作と注意点	-	-	-	-
		Ver.4&5	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	-	-	-
	Ver.5	基本	qNMR	1日	qNMRの概要・測定操作	-	-	20	-
溶液NMR基本 1st			2日	1D/2Dの基本操作(¹ H, ¹³ C)	30-31	-	12-13	-	
Ver.5		溶液NMR基本 2nd	1日	位相検出2Dの基本操作(¹ H, ¹³ C)	-	1	-	-	
		固体NMR基本	2日	固体NMR測定の基本操作	-	-	-	1-2	
Ver.5	Ver.5	拡散係数&DOSY	1日	拡散係数、DOSY測定操作と注意点	-	6	-	-	
	Ver.5	固体緩和&ROSY	1日	固体緩和時間・ROSY測定操作と注意点	-	-	-	-	
Ver.5	Ver.5	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	-	-	-	-	

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	8月	9月	10月	11月	
MS	基本	Q1050GC基本	2日	QMSの概要理解と基本操作	-	28-29	-	-
		Q1500GC操作(定性)	2日	QMSの概要理解と基本操作	-	-	5-6	-
	Ver.5	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	-	30	-	-
		Esquire操作(定量)	1日	定量処理ソフト"Esquire"を用いた定量操作の習得	-	-	7	-

- 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7月発行 No. 108
 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