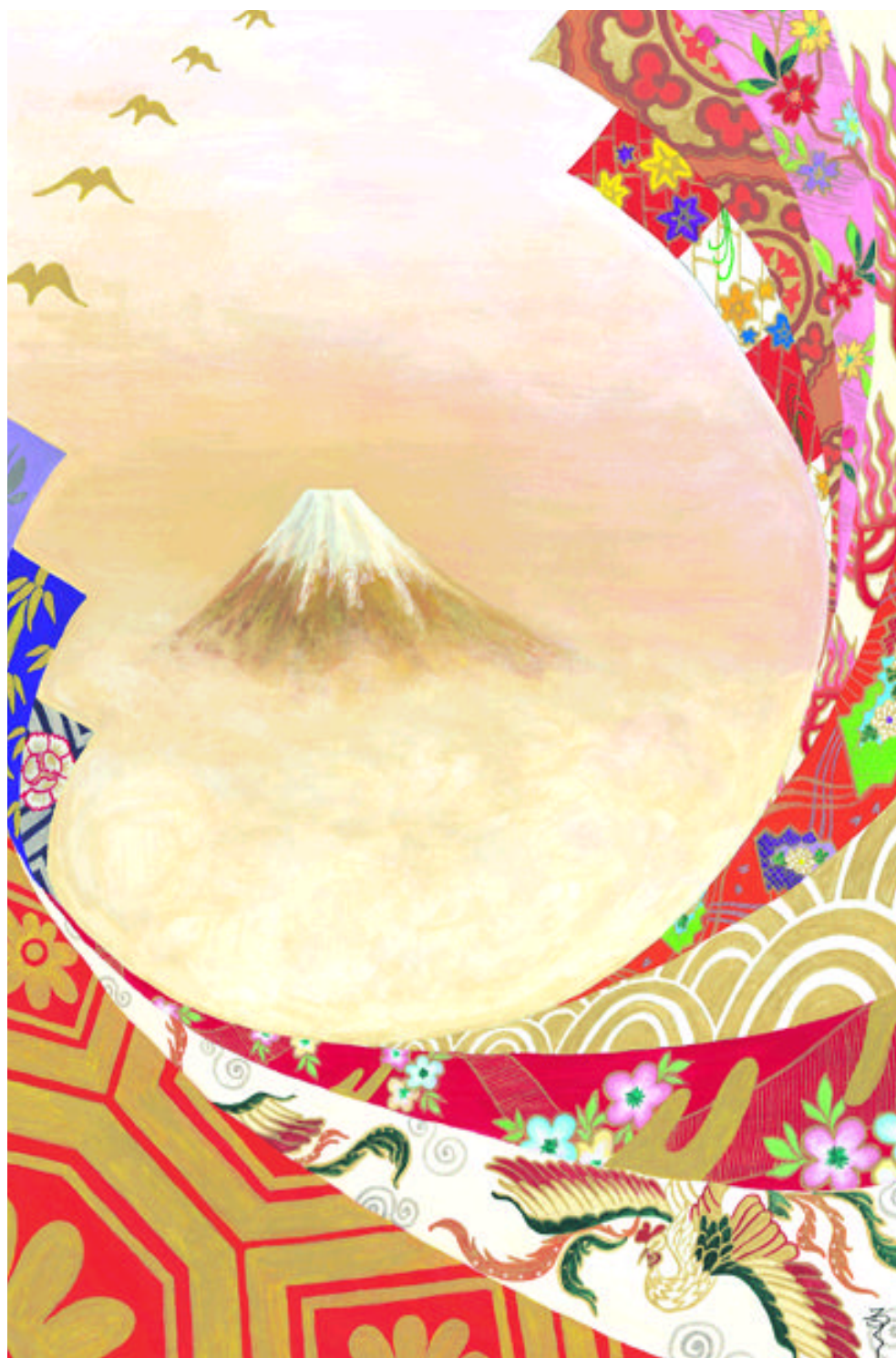


## 21世紀 明けまして おめでとうございます



### トピックス

#### アプリケーション

EPMAにおけるカソードルミネッセンスの応用  
JXA-8000シリーズ

AESにおけるイオン銃を用いた絶縁物試料の  
帯電防止法 JAMP-7830F/7810

#### 新技術紹介

加熱脱着装置 TD-4によるシックハウス物質分析  
ダイオキシン類の簡易測定法

#### 新製品紹介

NMRスペクトル解析支援ソフトウェア  
SpecMan & NMR-SAMS

#### 製品紹介

Model 681 イオンビームコータ

#### 周辺機器

JEOL DATUM INFORMATION

講習会スケジュール

# 2000年度も日本電子ユーザーズ ミーティングを各地で開催しました。



昨年11月20日の名古屋地区NMRユーザーズミーティングを皮切りに、京都、広島、福岡、北陸と続き11月の27日～30日東京開催で、今世紀最後の日本電子NMR・MSユーザーズミーティングが終了しました。

今年度も1,000名を超える多数のユーザーのご参加をいただき、活発な討論を行いました。東京地区ではNMR26回、MS22回を数え、四半世紀にわたる開催を重ねることができましたのもひとえにユーザーの皆様の暖かいご支援の賜物と厚く御礼申し上げます。

さて日本電子は創業以来「創造と開発」を基本とし、常に世界最高の技術に挑戦してまいりました。製品を通じて科学の進歩と社会の発展に寄与すべく昨年も一年間の研究の成果を講演とポスターで発表いたしました。気持を新たに21世紀ミーティングではJEOLグループあげて実施する予定です。本ミーティングが名実ともに真のユーザーのためのミーティングになりますよう、今後とも皆様の忌憚のないご意見、ご要望を戴ければ幸いです。

(分析営業本部 高橋完次)

## 2000年度主なプログラム

### 第22回 MSユーザーズミーティング

- 『加熱脱着法による室内大気汚染物質の分析  
- シックハウス症候群関連物質 -』
- 『Coldspray Ionization Mass Spectrometry (CSI-MS)  
および関連技術の開発』
- 『リンクドスキャン法の上手な使い方  
- 構造情報を得るために -』
- 『MS / MS片手に生物活性物質を求めて』
- 『LC-MS/NMR (II)』
- 『多品種生産におけるLC/MSの有効活用  
- LCmateでの高分解能測定およびSIM測定例 -』
- 『揮発性物質分析における  
低エネルギーイオン化法の応用』

### 第26回 NMRユーザーズミーティング

- 『DOSY - 拡散係数による多成分系のスペクトル分離 -』
- 『NMRスペクトル解析支援ソフトウェア』
- 『固体NMR基礎編 交差分極』
- 『実際にIntra-net NMRを使ってみて』
- 『材料分析会社におけるNMRの利用』
- 『ハイスループットNMR  
- <sup>1</sup>H-1次元NMRデータ大量測定の効率化 -』
- 『分析センターにおけるNMR装置の効率的な管理・運営および教育・研究(ロングレンジJ値を用いた手法の開発と立体化学への応用)』
- 『NMR試料自動前処理装置』
- 『スペクトルデータベース (SDBS)  
- 大型汎用計算機からインターネット・PCの時代へ -』

カソードルミネセンス法(Cathodoluminescence, CL)は試料の結晶構造、微量不純物、格子欠陥、結晶歪の解析に従来から使用されている手法です。近年、電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)におけるCL分析例も見受けられるようになってきました。CL法は、青色発光ダイオード/レーザーダイオードの商品化に始まる光デバイスの開発で再び注目されるようになってきました。また、大容量記録デバイス、光通信網、各種ディスプレイ材料等、さまざまな材料分野への応用が期待されます。今回紹介するカソードルミネセンス装置は、EPMAに取り付けて、二次電子・反射電子などの像観察機能や波長分散形X線分光器(WDS)による元素分析機能を妨害すること無しに同時CL分析を行うことができ、両者の情報から試料に関する知見を得ようとするものです。

本稿では、図1に示すようなJXA-8800シリーズ、JXA-8100シリーズに取り付けた分光形CL装置を用いた試料観察例を紹介します。



図1 EPMAおよびCL装置概観

図2は、市販白色発光ダイオード(LED)素子部断面の、各発光波長(560nm, 370nm, 457.5nm)でのCL像および反射電子組成像です。白色LEDは、GaN青色LEDの上にYAG(Yttrium-Aluminum Garnet)等の黄緑色発光を示す蛍光体層を塗布し、GaNの青色発光でYAGを光励起し、GaNの青色とYAGの黄緑色の合成で白色を形成しています。

発光波長560nmはYAGによる黄緑色の発光、457.5nmはGaN上層活性層(ごく薄いInGaN層)の青色発光、370nmはn形にドーパされたGaN層の発光であると考えられます。この層のドーパント元素は、濃度が低いためにEPMAの元素分析では確認できません。

もう一つの例として、鉱物試料のCL分析例を示します。CL法は、鉱物内部の組成変化、あるいは微量不純物、構造の不均一性により生ずるCL発光量の変化を調べることが可能です。図3は、長崎普賢岳で得られた火山岩中の斜長石(Plagioclase)の二次電子像、反射電子像、487.5nm CL像およびSi, Ca, Al X線マップです。斜長石断面の組成が変化しているのは、斜長石の形成時に供給されるマグマの組成が異なるために組成の異なる層が形成され、このような累帯構造を形成していると考えられます。487.5nm CLコントラストの明るい部分はおおよそCa, Alリッチである領域と対応しているのがわかります。

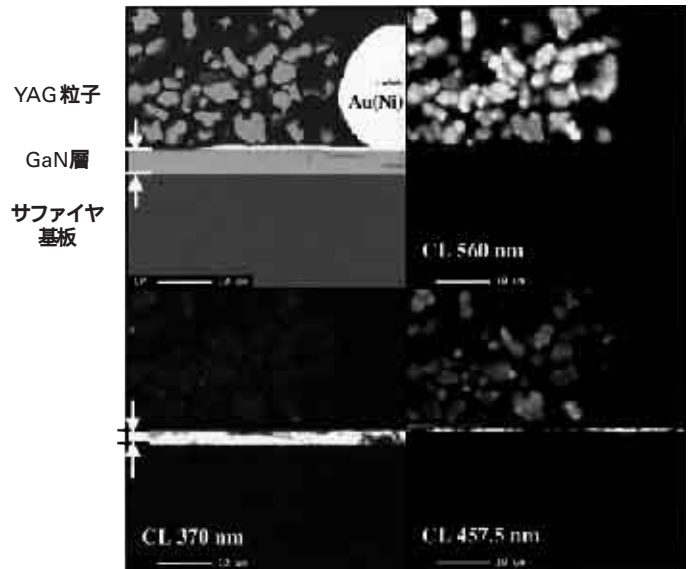


図2 白色LEDの反射電子組成像と各波長のCL像

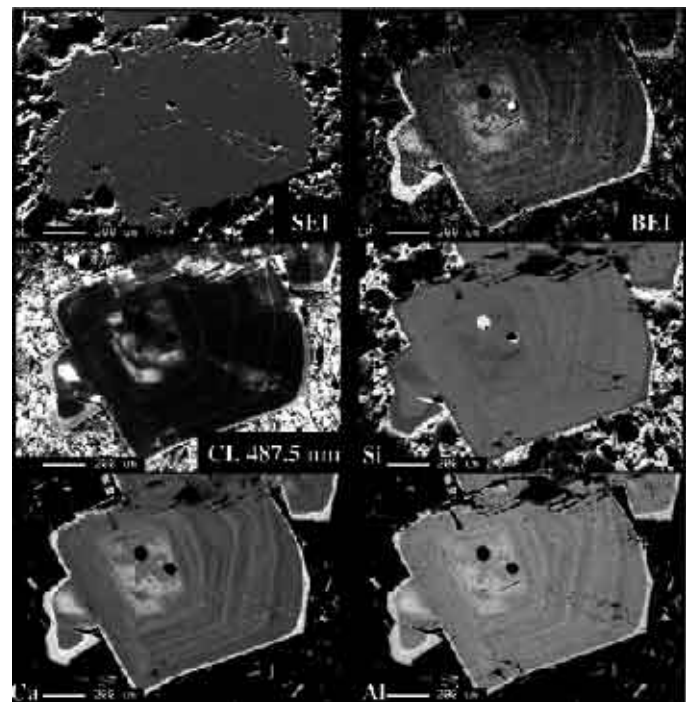


図3 斜長石累帯構造のCL像およびX線像

半導体や機能材料の著しい進歩で、表面・バルクにかかわらずサブミクロンオーダの微小構造の解析や欠陥分析が重要視されてきています。それに伴って、絶縁物材料に関しても、微小領域の表面分析や、絶縁体薄膜界面の分析などの要求もふえてきています。その中でオージェ電子分光法(AES)は、電子ビームによる帯電のために、絶縁物分析の分野では、X線光電子分光分析法(XPS, ESCA)に比べて汎用性が低く、用いられている分野は限られていました。そこで、オージェ分析時の帯電防止法として、陽イオンを試料表面に照射して帯電を中和するイオン照射法や、FIBを使った試料薄膜化法が開発され、実用化されてきています。ここではその中で、陽イオンを用いたイオン照射法について述べていきます。

試料が絶縁体の場合、電子線を入射すると、表面の随所に負の帯電が生じます。その帯電を中和するために、Ar<sup>+</sup>などの不活性ガスの陽イオンを照射して、不均一な電場を消失(中和)させる方法をイオン照射法と呼びます。イオン照射法を使って、効果的に帯電防止を行うためには、できるだけ大きなイオン電流を得る必要があります。イオン電流を得るためには高い加速電圧を用いる方が有利ですが、高エネルギーのイオンでは試料表面をスパッタする危険性があります。そこで、試料表面をスパッタすることのない十分に低い加速電圧(50eV以下)で、高電流密度を得ることができるイオン銃としてフローティング形イオン銃(FMIED)を新しく開発しました。FMIEDの外観写真を図1に示し、従来のイオン銃(MIED4)とのイオン電流特性の比較を図2に示します。このFMIEDは、従来のイオン銃に比べて、500eV以下のイオン電流が1桁~2桁も大きくなっていることがわかります。



図1 フローティング形イオン銃(FMIED)の外観

次にこのFMIEDを使った応用例として、図3に示すコンピュータメモリ基板上の金電極のオージェ分析を紹介します。この金電極の周辺は、絶縁体の樹脂基板であるために、通常の電子線を用いた分析では、オージェ分析はもちろん二次電子像もとることが困難となります。しかし、FMIEDを使って10eVのArイオンを照射すると、図4に示すように、樹脂基板上に見られたハイコントラストでギラギラとした不安定な部分が消失し、正常な二次電子像が得られました。また、イオン照射前に正常に測定できなかったオージェスペクトルについても、図5に示すように、入射電子の加速電圧を5kVと10kVのどちらの場合でもオージェ電子が検出でき、Au電極表面に微量に存在するNiもはっきりと確認できました。

このプリント基板上的金電極のように、絶縁物に囲まれた導体の分析などは、FMIEDを用いたイオン照射法が極めて有力であることがわかりました。この方法を用いれば、微小領域のオージェ分析はもちろん、マッピングも可能になると考えられます。

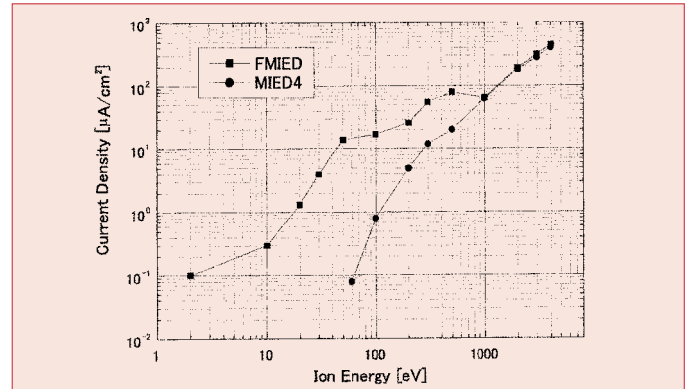


図2 FMIEDと従来のイオン銃(MIED4)のイオン電流密度特性

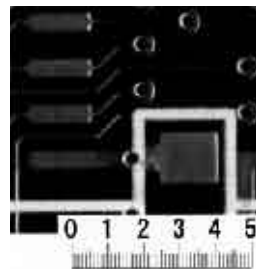


図3 試料に用いたコンピュータメモリ基板

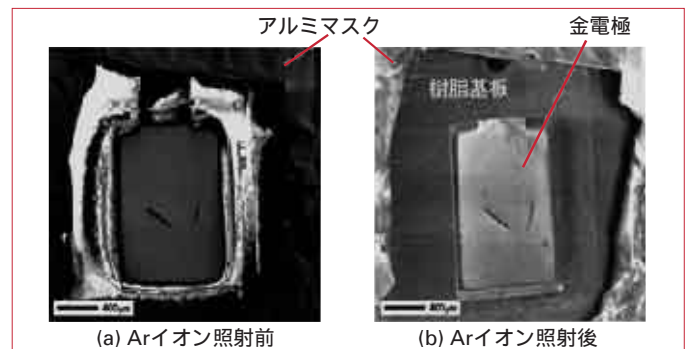


図4 金電極におけるイオン照射(Ar, 10eV)前後の二次電子像の変化 (Ep=10kV, Ip=10nA, 試料傾斜角度45°)

Ep: 入射電子ビームの加速電圧、Ip: 電子ビームの照射電流

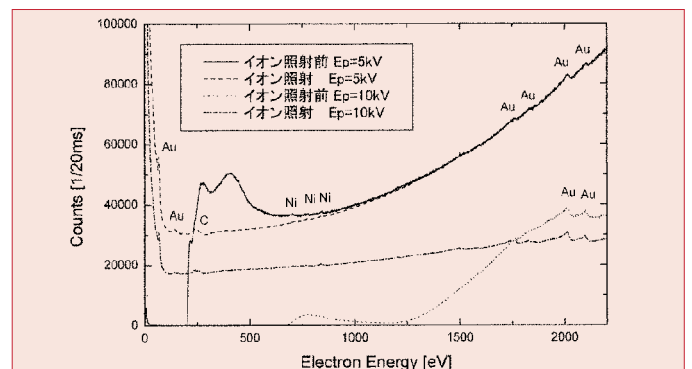


図5 金電極上で得られたオージェスペクトル

近年、大気汚染問題の中でも、室内空気の有害化学物質による汚染は多くのメディアで取り上げられています。従来、問題とされていた室内空気汚染は、開放形燃焼器具の不完全燃焼に伴い発生する高濃度の二酸化炭素による中毒などであり、短期高濃度曝露に起因する問題が主でした。しかし、最近では住宅の気密性能の向上に伴い、少量しか発生しない化学物質でも人体に影響を及ぼす濃度になり易くなっているうえ、膨大な数の化学物質が日常生活において使用されています。このような要因から、長期低濃度曝露や複合汚染に起因する問題が主として指摘されるようになってきました。現在では、一般居住住宅の室内環境に起因して生じると考えられる症状を総じてシックハウス症候群 (SHS, Sick House Syndrome) と呼んでいます。平成12年6月に厚生省によりまとめられたシックハウス(室内空気汚染)問題に関する検討会 - 中間報告書では、トルエン、キシレン、パラジクロロベンゼンの室内濃度に関する指針値が策定(ホルムアルデヒドについては平成9年に指針値を策定済み)され、採取方法、測定方法などについてもガイドラインが示されました。

このガイドラインに提案されている測定法として、ホルムアルデヒド以外の揮発性有機化合物(VOC)については、固相吸着/溶媒抽出法、固相吸着/加熱脱着法および容器採取法とGC/MS法の組み合わせによる3法が示されています。この3法の中でも、加熱脱着法は操作が簡便であり、複雑なサンプルマトリクスから揮発性成分を直接(加熱抽出)あるいは吸着剤(Tenax樹脂など)を用いて効率よく濃縮し、GC/MSへ導入することができるため、有害大気汚染物質の分析以外にも工業材料や食品、医薬品など様々な分野における揮発性有機化合物の分析において活用されている前処理法です。

今回、ガイドラインに沿って室内空気汚染物質の分析を行うにあたり、加熱脱着法を選択し検討を行ったので、その概要と結果を紹介します。

分析には質量分析計としてAutomass Sun、加熱脱着装置と



図1 TD-4外観

してTD-4を用いました。TD-4の外観を図1に示します。捕集管内に充填する吸着剤としてTenax TA(100mg)を使用し、試料が高濃度であるため、GCへの導入はSplit mode(20:1)にて行いました。また、EI法によるスキャンモードで分析を行い、分析対象は指針値が策定されたトルエン、キシレン、パラジクロロベンゼンを含む10種類に設定しました。VOC混合標準溶液を用いて再現性の確認を行ったところ、図2に示すように最高でも6%程度と良好な結果が得られました。また、本法を実際の室内空気試料の分析へ適用するにあたり、サンプリング条件は10mL/minの流速で24時間に設定しました。分析結果としてTICを図3に、定量値を表1に示します。

すでに室内濃度指針値が策定済みの揮発性有機化合物はまだ数種類であり、その分析においては高感度を必要としていないのが現状ですが、今後の検討が進むにつれ、より低濃度で室内に存在する他のVOCに対しても指針値が掲示されていくとともに感度の必要性が増すと考えられます。今回紹介したTD-4 - Automassシステムは操作が容易であり、再現性、感度にも優れたシステムであるため、室内空気中VOCの分析を行う際に有効な手段であることが確認されました。

価格 3,040,000円~

表1 定量値および指針値との比較

Peak No.	Compound name	定量値 (ng/14.4L)	換算値 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	M.W.	ppm ( $\mu\text{l}/\text{l}$ )	指針値 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (ppm)
1	Benzene	50.13	3.48	78	0.00107	
2	Trichloroethene	14.75	1.02	130	0.00019	
3	Toluene	744.29	51.69	92	0.01351	260 (0.07)
4	Tetrachloroethene	29.38	2.04	164	0.00030	
5	Ethylbenzene	119.34	8.29	106	0.00188	
6	m/p-Xylene	138.23	9.60	106	0.00218	m,p,o-Xylene
7	o-Xylene	61.11	4.24	106	0.00096	870 (0.20)
8	Styrene	120.34	8.36	104	0.00193	
9	1,4-Dichlorobenzene	104.24	7.24	146	0.00119	240 (0.04)

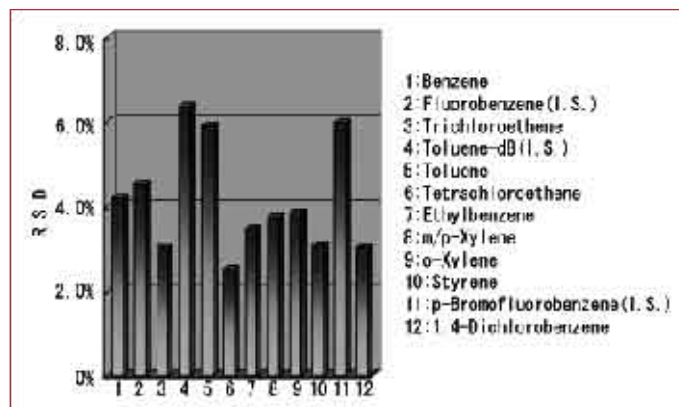


図2 5回連続分析における再現性の確認

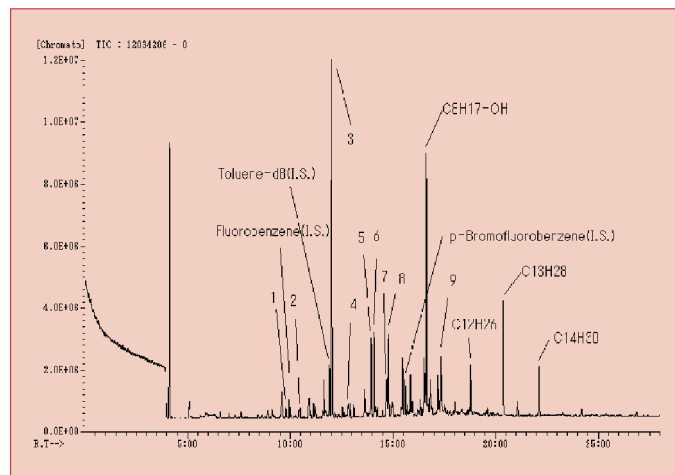


図3 サンプル分析例

現在、ダイオキシン類の分析方法は各種マニュアルや JIS 法などにより、前処理から測定、データ処理に至るまでが細かく規定されています。ことに、最終的な測定機器としては「高分離能ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析計 (HRGC/HRMS)」を用いることとされており、特に質量分析計の分解能としては10,000以上と規定されています。

しかしながら昨今、ダイオキシン類の分析の対するコストがかかりすぎるといった問題が表面化してきました。特に平成12年1月に施行された「ダイオキシン特別措置法」の影響で今後数年、ダイオキシン類の分析検体数が爆発的に増加することが予想されています。そんな中、ダイオキシン類の分析1検体あたりのコストが現状のように高いままでは、十分な測定検体数を確保できないなどの問題が生じるといわれています。そこで、このダイオキシン類の分析コストを下げ、分析にかかる種々操作の簡略化などを実現させるために「ダイオキシン類の簡易分析法の開発」が急がれています。一口に「ダイオキシン類の簡易分析法」といっても、1) サンプルング方法の簡略化、2) 前処理方法の簡略化、3) 測定機器の低価格・小形化、4) データ処理の効率化など、その考え方は様々です。そこで、質量分析計のメーカーである弊社としては測定装置の小形化・低価格化という問題を中心に「ダイオキシン類の簡易分析法」を以下の様に位置づけています。

## 「ダイオキシン類の簡易分析法」に関する基本的な考え方

- 1) 小形 (価格の安い) 装置を使う  
分析コストの削減  
設置面積の問題の解決  
操作性の向上
- 2) マトリックスの少ないサンプルでは、HRGC/HRMSを用いた方法と同等の結果が得られること
- 3) マトリックスの多いようなサンプルでもそれなりの情報 (サンプル中のダイオキシン類の大まかな濃度) が得られること

上記3点は基本的なコンセプトであり、この他にも「汚れに強い装置であること」、「GC/MS 部分にマトリックス除去機能を持たせることによりクリーンアップ処理を簡略化する」、「データ処理の効率化」などの検討も別途行う必要があると考えています。

今回は上記「1) 小形 (価格の安い) 装置を使う」というテーマの

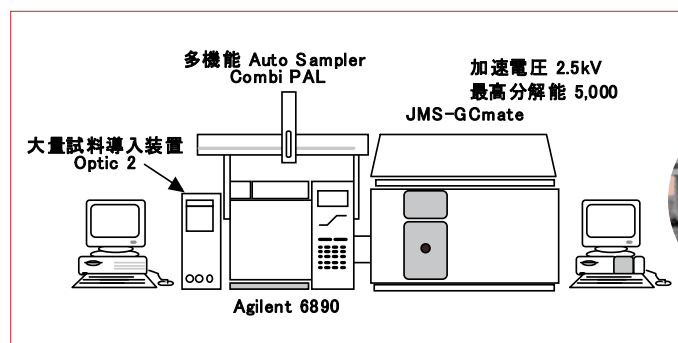


図1 装置概略図

表1. 測定条件

GC条件		MS条件	
Column	CP-Sil88 60m x 0.25mm, 膜厚0.1 μm	分解能	3,000
Oven Temp	100 (1.5 min) 20 /min 180 (0 min) 4 /min 270 (27 min)	スイッチング	電場
Injection	Optic2使用 5 μL	検出器電圧	600 V
		プリアンプ	x 100
		Attenuator	1/16
		Cycle Time	0.44 sec
		イオン化電圧	40 V

表2. SIM Grouping Table

Group 1 (18 ~ 23 min)			
319.8966	321.8936	333.9338	TeCDD
Group 2 (23 ~ 26.5 min)			
303.9016	305.8987	317.9389	TeCDF
339.8597	341.8567	351.9000	PeCDF
353.8576	355.8546	367.8949	PeCDD
Group 3 (26.5 ~ 30.1 min)			
339.8597	341.8567	351.9000	PeCDF
373.8207	375.8178	385.8610	HxCDF
389.8157	391.8127	401.8559	HxCDD
Group 4 (30.1 ~ 33.7 min)			
373.8207	375.8178	385.8610	HxCDF
389.8157	391.8127	401.8559	HxCDD
407.7818	409.7788	419.8220	HpCDF
Group 5 (30.7 ~ 40 min)			
373.8207	375.8178	385.8610	HxCDF
407.7818	409.7788	419.8220	HpCDF
423.7767	425.7737	435.8169	HpCDD
Group 6 (40 ~ 55 min)			
441.7428	443.7398	453.7830	OCDF
457.7377	459.7348	469.7780	OCDD

表3. 0.05 μg/測定時のLS/N

	Isomer	S/N
TeCDD	2378	10.1
PeCDD	12378	2.9
HxCDD	123478	4.5
HxCDD	123678	3.3
HxCDD	123789	2.7
HpCDD	1234678	11.6
OCDD	12346789	--
TeCDF	2378	10.3
PeCDF	12378	6.6
PeCDF	23478	12.8
HxCDF	123478	17.3
HxCDF	123678	17.9
HxCDF	123789	20.4
HxCDF	234678	12.5
HpCDF	1234789	2.6
OCDF	12346789	--

とに「大量注入PTV GC + GCmateを用いたダイオキシン類の分析法の開発」について検討を行い若干の知見が得られたので報告します。

今回用いた装置の構成を図1に示します。検出器には上記の通り、小形2重収束形質量分析計のGCmateを用いました。また大量注入を行うためにGCのPTV Injectorとして、Optic2をAgilent 6890のBack Injector Portに接続し使用しました。Auto Samplerは、大量注入を行う都合上GC用多機能サンプラーCombiPALを用いました。

実際の測定条件を表1に示します。測定感度をできる限り良くするという観点から、使用するキャピラリカラムはカラムバックの比較的少ないCP-Sil88を用い、質量分析計の分解能も可能な限り高くする (R=3,000) こととしました。また通常、ダイオキシン類を測定する場合は4~6塩素化合物と7、8塩素化合物は異なったカラムを用い別々の Injection として測定することが一般的です。これは通常の測定の場合には毒性を有する、いわゆる2、3、7、8異性体のみではなく他のすべての異性体も、できる限りピーク分離して測定しようとするためです。ただし、今回検討した測定方法はあくまで「ダイオキシン類の簡易定量法」であるので、毒性を有する2、3、7、8異性体のみを精度良く測定することとし、他の異性体は定量しないこととしました。そのため、一種類のカラム (CP-Sil88) のみを使用し、2、3、7、8異性体のみをSIM Groupingの手法を用いて1-Injection で測定することとしました。その場合の



その場合の

# 大容量注入GC+GCmateによるダイオキシン類の測定

## GCmate

SIM GroupingのTime Tableを表2に示します。できる限り感度良く測定しようとしているのでGroupingが若干複雑になっています。以上のような測定条件で0.05  $\mu\text{g/L}$ の標準溶液(トルエン溶液)を測定した際の2, 3, 7, 8-TeCDD、2, 3, 7, 8-TeCDFのクロマトグラムを図2に示します。また、他の2, 3, 7, 8異性体についてもそのピークのS/N値を表3に示します。OCDD、OCDFを除いてS/N 5であり良好な結果が得られました。今回、GCへの注入量はすべて5  $\mu\text{L}$ としているので、これらの結果は各異性体の絶対量として250fgの注入量ということになります。OCDDおよびOCDFについては、極性の高いカラムでは保持時間が長く検出感度が得られないと一般的にいわれており、今回の検討でも他の異性体に比べ1~2桁程度の測定感度の減少が見られました。しかしながら、これらの異性体の毒性等価係数はいずれも0.0001と他の2, 3, 7, 8異性体に比べ極端に小さいことから、この程度の感度低下は、ダイオキシン類をTotal-TEQ値で評価する場合には問題にならないと考え、また簡易分析法の開発という観点からも測定の手間を少なくするために、OCDD、OCDFについては検出感度の低い状態で測定することとしました。

今回の測定システム、特に大量注入+分解能3,000SIM測定法が実試料の分析に有効かどうかを判断するために飛灰試料の測定を行いました。また、比較のため分解能500(四重極形質量分析計程度の分解能)でのSIM測定も同時に行い、それぞれの結果を図3に示します。飛灰試料では、各ダイオキシン類の濃度は比較的に高いことが予想されます。実際、R=500と3,000の結果を比較してもNative化合物では大きな差は見られません。ただし内部標準物質として添加している $^{13}\text{C}$ 化合物のクロマトグラムでは、R=500ではベースラインの上昇や、夾雑ピークの出現などが見られていますが、R=3,000ではそのような現象は軽減されています。今回、測定した飛灰試料は比較的濃度も高く、またクリーンアップも非常にうまく行われている試料でありましたが、明らかにR=3,000での測定の方が良好な結果が得られました。次に低濃度で、かつマトリクス成分の多い試料として土壌試料中のダイオキシン類の測定結果を図4に示します。今回測定した土壌サンプルは濃度が低いばかりでなく、クリーンアップ操作に若干問題があり、通常のサンプルよりも夾雑物の存在が比較的多いと予想されるものです。図からも判るように、R=500の測定ではマトリクス成分の増大に起因すると思われるベースラインの上昇・うねりや夾雑ピークが見られ、2, 3, 7, 8-TeCDDの測定は事実上、不可能であるといえます。しかしながらR=3,000では、若干の夾雑物質の影響は見られるものの2, 3, 7, 8-TeCDDのピークを確認することが可能でした。

このように、大量注入PTV-GCと小形2重収束形質量分析計を組み合わせることにより、HRGC/HRMSを用いた場合と比較しても、そんな色のない程度の検出感度が得られました。また、飛灰試料のような高濃度サンプルではHRGC/HRMを用いた場合と同等の測定結果が得られました。さらに、比較的低濃度で夾雑物質が多く存在するようなサンプルでは、分解能3,000でのSIM測定を行うことにより、夾雑物質の影響を軽減することができました。

今回測定に用いたJMS-GCmateは、通常のダイオキシン類分析に用いられているHRMSとまったく同じ原理の2重収束形質量分析計です。そのため、一般的な測定条件などはHRMSとまったく同様に扱

うことができ、得られたデータもHRGC/HRMSで得られたデータと単純に比較することができます。よって、本測定システムは「簡易分析」だけでなく、「スクリーニング測定」の測定システムとしても有用であるといえます。

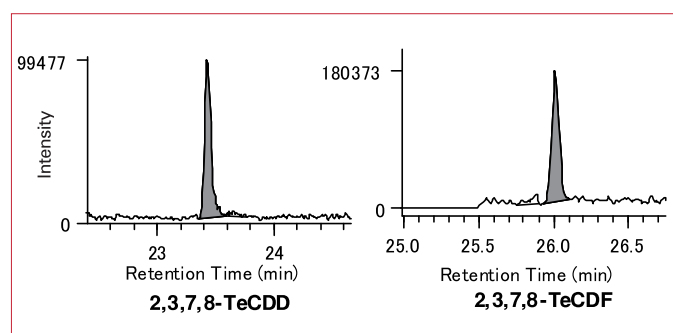


図2 0.05  $\mu\text{g/L}$ 標準溶液の測定結果

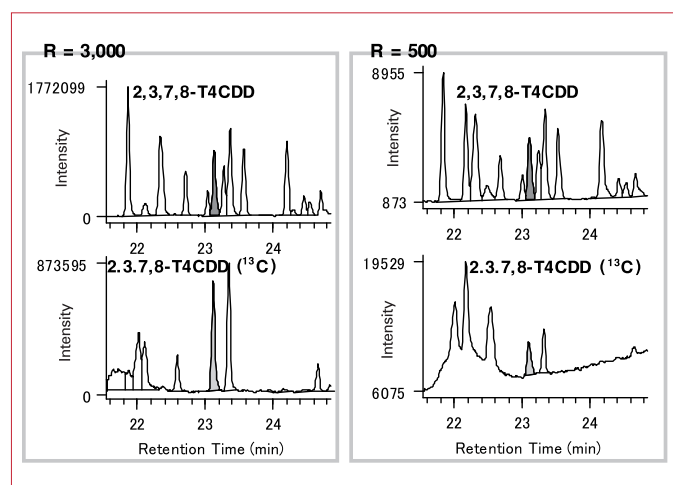


図3 飛灰試料の測定結果 (TeCDDについて)

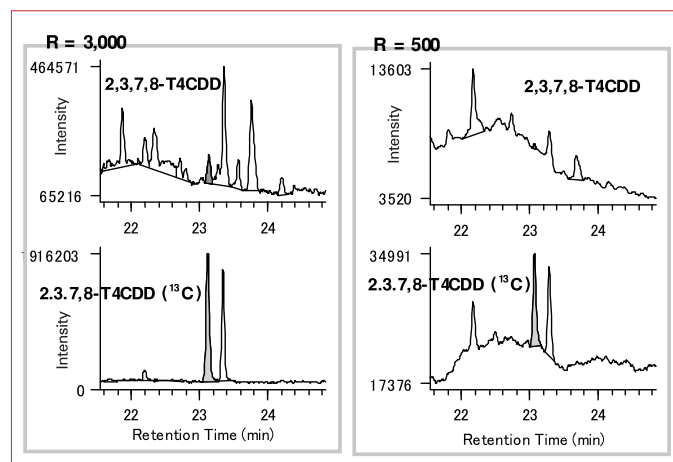


図4 土壌試料の測定結果 (TeCDDについて)

NMRの測定はしたもののデータ解析でまた一苦労ということも多いと思いますが、その煩雑な作業を確実に行うためのソフトウェアをご紹介します。昨年11月のNMRユーザーズミーティングでご案内したもので、すでにお問い合わせもたくさんいただいております。

NMRの測定をして得られる1D, 2Dのスペクトルをそのまま入力して、そのピーク情報表を作って整理し保存してくれるSpecManというソフトと、これを基に平面構造を推定してくれるNMR-SAMSという2つのソフトの組で使います。まずSpecManに読み込むデータはNMR装置で測定し、フーリエ変換した処理データを用います。一般にスペクトル解析の流れは図1のようになりますが、 $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , DEPT, COSY, HMQC, HMBC, NOESYなどの測定のすんだデータをSpecManに読み込み、各々のスペクトルを関連つけてピーク検出を行います。化学シフトや信号のつながりなどピーク情報ファイルにまとめます。次に2番目のソフトであるNMR-SAMSでは二次元データからつながりの分かる炭素同士をつないで部分構造をつくります。部分構造を基にした組み合わせ計算で推定構造を数え上げてくれます。この段階でロングレンジの相関などの情報が多ければ精度の高い解析結果が得られます。このような一連の作業は面倒で人手で

行うと解析結果に間違いが伴いやすいものですが、コンピュータの助けで確実なものとなります。各段階のデータを自分のデータベースとして保存したり、呼び出したりでき、最終推定構造とNMRデータと整合性を確認することも容易になります。扱う化合物は炭素数128個までです。

NMRからのデータ転送については、ネットワーク接続が必要です。各々の機種についてはお問い合わせ下さい。SpecMan, NMR-SAMSはSpectrum Research社製のソフトウェアです。 <http://www.specres.com>  
ハードウェア： Win95/98/2000/NT4.0 ( Pentium II, RAM 64MB, Disk空容量 55MB以上)  
SpecMan + NMR-SAMSの価格：1,300,000円  
アカデミック割引あります。3年間のライセンス含みです。

お問い合わせ：  
日本電子株式会社 各支店分析営業グループ  
email : nmrsams@jeol.co.jp

図1 スペクトル解析の流れ

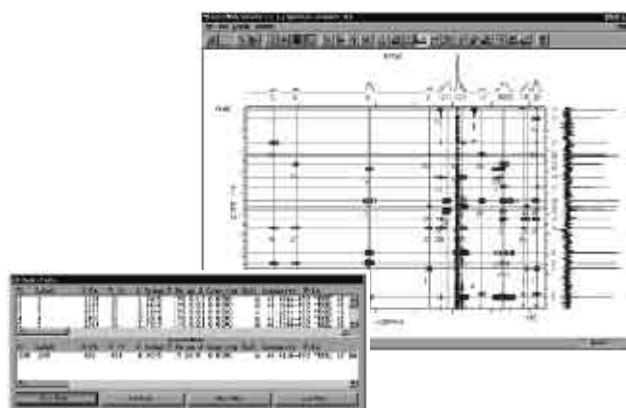
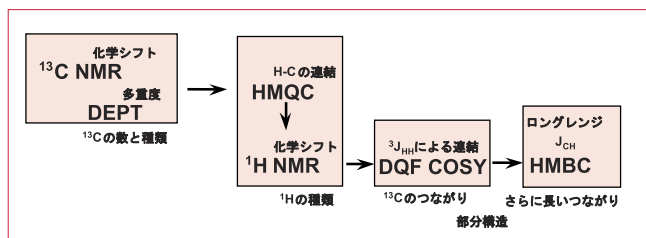


図2 <SpecMan>  
HMBCと二次元ピークテーブル。端の信号から順に番号をつけ、さらに相関信号にも番号つけがされ、ピーク情報ファイルを作ります。

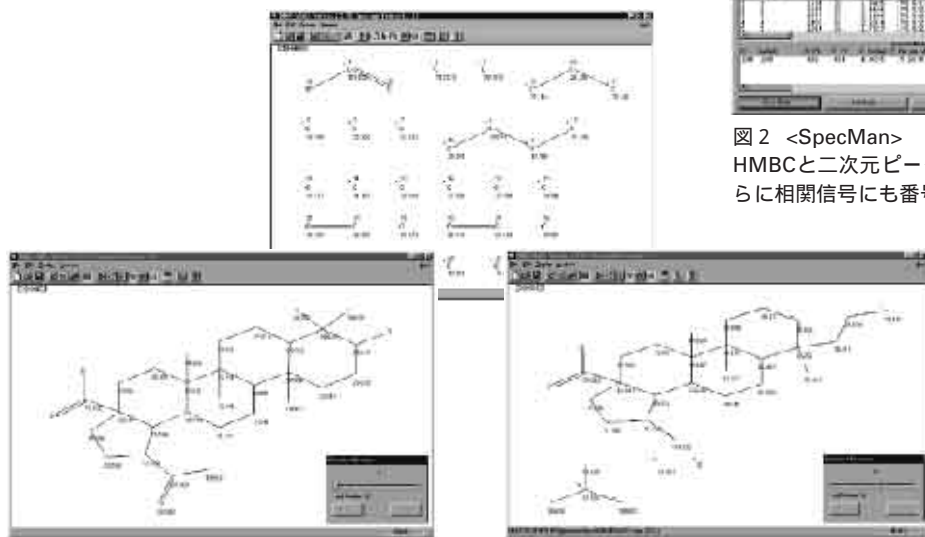


図3 <NMR-SAMS>

炭素には化学シフトが表記され、COSYからつながりの分かる炭素をつないで部分構造を作ります(上)。単一の分子構造が結論される場合(左)も、ある構造を作ったときに余るものはどれかという表示(右)もしてくれます。



## JEOL DATUM

## Model 681 Ion Beam Coater

絶縁材料は電子顕微鏡で観察検査する前に帯電効果を阻止するために、導電性材料の薄膜でコーティングします。

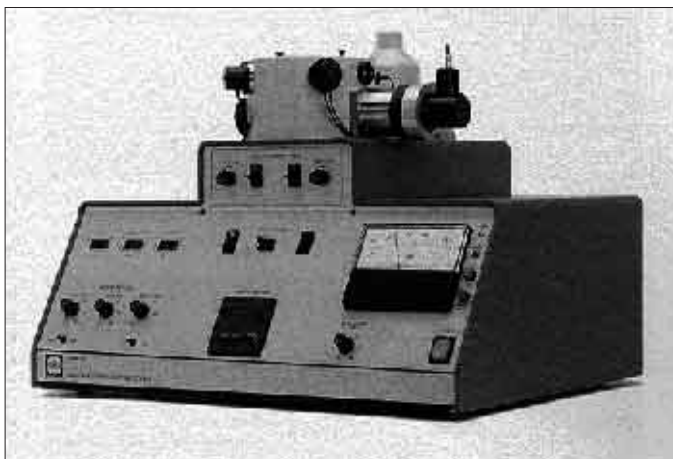
最近では集束イオンビームによるスパッターコーティングで行われる傾向にあります。この技術は通常、熱による人工加工物が付かず、ほとんど構造のない薄膜をコーティングするという利点があります。この利点は、従来のコーティング技術で作成した粗い膜の構造を容易に観察してしまう高分解能フィールドエミッション電子線源の出現により、今日では特に重要になっています。

モデル681はTEM試料やSEM試料の表面に均一な極めて薄い非晶質のコーティング膜を生成するように設計された、卓上形集束イオンビームコータです。ワークチャンバに最小限度のガス負荷を導入することによって、極めて高いスパッタ速度が得られる希土類マグネットベニングイオンガン(PIG)を用いています。コーティング時間は、ターゲット材料とイオンエネルギーに依存しますが、15秒から2分程度で可能です。オイルフリーの真空系と迅速試料交換エアロック機構を用いていますので、コンタミネーションは最小におさえられます。

## 特長

エアロック機構で迅速な試料交換の実現  
PIGの利用で驚異的なスパッタ速度の実現  
真空を破らないで4つのターゲット材料が選択可能\*  
試料の揺動/回転制御で均一、同質コーティング膜の生成  
卓上形で小形・軽量

\*2ndデュアルターゲットアセンブリはオプションです。

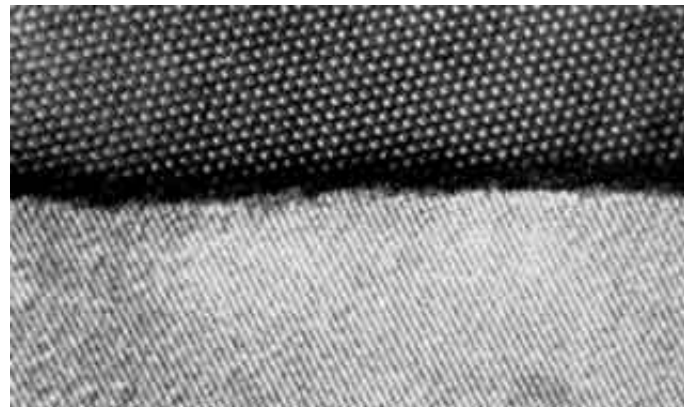


モデル681

## 仕様

イオンエネルギー	1 ~ 10keV
ガス流量	イオン銃一つあたり Arガス約0.1mL/min
ビーム径	ターゲット上で、約1mmFWHM(半値幅)
イオン電流密度	イオン源一つあたり、ピーク値10mA/cm <sup>2</sup>
コーティング速度	10keVにおいて カーボン(C) 約0.05nm/sec クロム(Cr) 約0.15nm/sec
試料ホルダ	水平プラットフォーム、直径15mmまでの 試料台取付け可能
試料回転	360°(0 ~ 8rpm)
試料傾斜	90°までの揺動運動(0 ~ 36°/sec) 希望角度の傾斜で固定可能
ターゲット材料	標準 : C / Cr オプション : C, Cr, Pt, Au-Pd, Ir, Ta, W (対として任意の組み合わせ)
外形寸法	560mm(W) × 480mm(D) × 430mm(H)
配送時重量	38kg
電源	100V、50Hz/60Hz
ガス	Ar, 20psi (他の不活性ガスも使用可能) 水は不要

価格 : 8,000,000円 ~



Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>試料の高分解能電子顕微鏡の微細構造写真。  
帯電防止のためにモデル681でカーボンをコーティングした後、イオン研磨された試料断面。  
コーティング時間 : 1分 (片面30秒ずつ、3nmの合計厚さに相当)

お問い合わせ先  
日本電子データム株式会社 販売本部  
TEL 042 - 526 - 5098 FAX 042 - 526 - 5099

Model 681は米国ガタン社の製品です。

JNM-CMXシリーズ対応 CMX シムコントローラ16

CMXのシムコントロールが日本電子製のシステムと同様にコンピュータコントロールになります。これにより各プローブごとのシム値のファイルを作成し、プローブ交換後、適正分解能が瞬時に再現でき、面倒なダイヤル操作から開放されます。

また、磁場のドリフトを自動的に補正するドリフトキャンセル機能により長期積算が可能となり、より質の高いスペクトルを得ることができます。本装置はノートパソコンと日本電子製カレントシムを組み合わせ、本体とはオフラインで使用します。

適用機種

CMX Infinityにて、日本電子製カレントシムを使用している装置

価格 2,500,000円

お問い合わせ 最寄のサービスセンターまで。



電子顕微鏡 超薄切片試料作製用ダイヤモンドナイフ

\*\*\* 平成13年4月30日まで特別価格にて販売致します \*\*\*

DiATOME製 ダイヤモンドナイフ

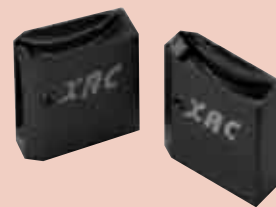


天然ダイヤを使用しており、超薄切片試料作製としては最高の評価を受けているダイヤモンドナイフです。

定価より15%OFF!

住友電工 製 スミナイフ・XAC

住友電工製大形合成ダイヤモンド単結晶を使用した人工ダイヤモンドナイフです。天然ダイヤモンドナイフと同等以上の性能を持ちながら、低価格のナイフです。



定価より5%OFF!

NEWアイテム高品質低温ダイヤモンドナイフ「Cryo P」登場！  
トレードイン(下取り)で新品価格の約半額にてお求め可能です。  
長時間の使用で再研磨が必要になったナイフ、刃先が欠けて再研磨不能になってしまったナイフをお持ちであれば是非ご利用下さい。

注) メーカーおよびタイプ・刃幅を問わずトレードイン可能です。  
注) サファイアナイフ「サファトーム」からのトレードインは除きます。

透過電子顕微鏡用試料の面出し・粗削りSEM・EPMA・FT-IR用試料の面出し、また、光学顕微鏡用の試料作製にも最適なスミナイフ「XAC」を是非ご利用下さい。  
非生物試料にも使用でき応用範囲の広いナイフです。

詳細は、日本電子データムホームページをご覧ください。  
ホームページアドレス <http://www.datum.jeol.co.jp>

三菱製紙 製 透過電子顕微鏡用高感度フィルム「MEM」

\*\*\* 平成13年4月30日まで特別価格にて販売致します \*\*\*



定価より10%OFF!

高感度・超微粒子乳剤の採用により感度・粒状性・解像力を飛躍的にUP!

従来の電子顕微鏡用フィルムよりも感度が3~4倍高い超微粒子を使用しています。非生物試料はもちろん、生物試料・高分子材料等電子照射で損傷を受け易い試料にも少ない電子照射撮影できます。

詳細は、日本電子データムホームページをご覧ください。  
ホームページアドレス <http://www.datum.jeol.co.jp>

ISOTEC社 NMR測定用溶媒

\*\*\* NEWS! 平成13年4月30日まで定価の30%OFFにて販売致します \*\*\*

ISOTEC社 NMR測定用溶媒は高品質および低価格の商品で多くの研究者にご愛用頂いております。品揃えも、標準品(99~99.9atom% d)をはじめ用途に合わせて広く取り揃えております。また、LC-NMR用の大容量品も取り扱っております。是非ご利用下さい。

\* カタログのご請求は下記までお願いします。  
日本電子データム株式会社 販売本部 販売促進第3グループ  
TEL : 042 - 526 - 5388 FAX : 042 - 526 - 5099  
e-mail : dtmhs@jeol.co.jp



## システム関連サポート終了品案内1 (周辺機器)

品名	型式	適用機種	終了期日	代替品
カラーCRTディスプレイ	NM-VT4207 NM-VT4211	JNM-EXシリーズ	2000年12月31日	EXcalibur *1
カラーCRTディスプレイ	NM-VT4107 NM-VT4208	JNM-GX/GSXシリーズ	1999年3月31日	VT4208E *2
カラーCRTディスプレイ	MS-VT4207/VT4208 MS-VT4107	JMA-DA5000/6000	2000年12月31日	VT640E *2
光磁気ディスクドライブ (5インチ)	NM-OD9200E/EII NM-OD9200EXE JMO600	JNM-GX/GSX/EX/A JMA-DA5000/6000	2000年9月30日	JMO540 *3
グラフィックプロッタ (8色A3/A4)	NM-PL7550S MS-PL7550/H	JNM-GX/GSX/EX/A JMA-DA5000/6000	2000年9月30日	DLP8000 *4
モノクロレーザープリンタ	NM-LPR33449A NM-LPR33481A MS-LPR449	JNM-Aシリーズ JMS-700を除く全シリーズ	2000年6月31日	DLP8000 *4 HP LaserJet4050

\*1 EXcaliburはJNM-EXシリーズのデータシステム部をパソコンベースのデータシステムに更新します。

\*2 VT4208E/VT640Eはパソコン画面上にてVT4208/VT4107のエミュレーションを行います。

\*3 JMO540は3.5インチ540MB MOとなります。増設以外の場合5インチより3.5インチへのメディア変換が必要となります。

\*4 DLP8000はA3対応モノクロレーザープリンタとなります。

## システム関連サポート終了品案内2 (ハードディスク)

製品名(型名)	該当機種	デバイス	記憶容量
NM-D2312x	JNM-GX/GSX	DR0:	64 Mbyte
NM-DT2312x	JNM-GX/GSX	DR0:	64 Mbyte
NM-DT2322x	JNM-GX/GSX	DR0:,DR2:	137 Mbyte
NM-DTK2312x	JNM-GX/GSX	DR0:	64 Mbyte
NM-DTK2322x	JNM-GX/GSX	DR0:,DR2:	137 Mbyte
RK137-DT/DM	JNM-GX/GSX	DM0: ~ DM4:	137 Mbyte
NM-D2243x	JNM-EX	DU0:	67 Mbyte
NM-D2246x	JNM-EX	DU0:	140 Mbyte
NM-D2249A	JNM-ALPHA	DUB0:	320 Mbyte
NM-D2263A	JNM-ALPHA	DUB0:	600 Mbyte
MS-D2312	JMS-DA5000	DR0:	64 Mbyte
MS-DT2312	JMS-DA5000	DR0:	64 Mbyte
MS-D2322	JMS-DA5000	DR0:,DR2:	137 Mbyte
MS-DT2322	JMS-DA5000	DR0:,DR2:	137 Mbyte
MS-DTK2322	JMS-DA5000	DR0:,DR2:	137 Mbyte
MS-DF2242	JMS-DA6000	DU0:	42 Mbyte
RK137-DT/DM	JNM-DA5000	DM0: ~ DM4:	137 Mbyte
MS-DF2243	JMS-DA6000	DU0:	67 Mbyte
MS-DF2246	JMS-DA6000	DU0:	140 Mbyte

上記ディスクドライブはご案内致しました通りサポート終了となっております。

また、代替品は全てDU4000形ハードディスク(記憶容量4 GByte)となります。

## MSの標準試料

FAB、ESIやAPCIでの質量キャリブレーションでお困りでは？  
新しく日本電子ハイテックからYOKUDELNAとPEGS-5の標準試料を発売しました。

### (1)YOKUDELNA

ESIのための質量キャリブレーション物質です。正と負イオン検出に適用されます。質量100から2000以上のスペクトルが出現します。メモリーの影響もありません。

価格：20,000円

### (2)PEGS-5

ポリエチレングリコール200、400、600、1000、1540の5本組みキットです。持ち運べるように小箱にまとめました。それぞれ1グラム入りと少量で、環境にやさしい試薬です。FAB/APCI/ESIのそれぞれの正と負イオンのスペクトル付きです。豊富なデータが揃っています。

価格：30,000円

ご注文は日本電子ハイテック(株) 松浦まで  
TEL : 042 - 542 - 5502 FAX : 042 - 541 - 9541  
e-mail : kmatuura@jeol.co.jp

## セミナー - 開催のご案内

### 1 第45回NMRセミナー

NMRの基礎知識、スペクトル解析の基礎知識を説明するセミナーです。教科書「<sup>1</sup>Hおよび<sup>13</sup>C NMR概説」にそった説明と説明内容確認のための演習を組合せ、知識を確かなものにします。第一部では主に化学シフト、スピン結合について、第二部では緩和時間、NOEなどの基本事項を説明しますので、はじめてNMRを学ばれる方のきっかけとしても、既にお使いになっている方の知識整理のためにもご利用いただけます。

と き 一部 2001年2月5日～6日

二部 2001年3月16日

ところ 日本化学会 会議室(お茶の水)

講師 神奈川大学 竹内敬人先生

日本電子ハイテック(株) 技術員

定員 40名  
参加費 60,000円(消費税別)

### 2 新セミナー 二次元NMRの使い方 第2回

構造解析に的を絞り、一日で二次元スペクトルの読み方を学ぶセミナーです。<sup>1</sup>Hと<sup>13</sup>Cの基本的な二次元スペクトルから情報を整理し、実際の構造とどのように結びつのか考えます。その上で、基本情報を補足する応用測定など最新のNMRについて説明します。

と き 2001年2月16日

ところ 日本薬学会館 1階会議室(渋谷)

講師 日本電子ハイテック(株) 技術員

定員 40名  
参加費 30,000円(消費税別)

### 3 第3回実践マススペクトロメトリー

と き 2001年1月25日～26日

ところ 日本薬学会館 1階会議室(渋谷)

講師 東邦大学薬学部 高山光男先生

定員 40名  
参加費 47,000円(消費税別)

### 4 新セミナー LC/MS講座

と き 2001年3月16日

ところ 日本薬学会館 1階会議室(渋谷)

講師 日本電子ハイテック(株) 松浦健二

定員 40名  
参加費 30,000円(消費税別)

申込・お問い合わせ

日本電子ハイテック(株) セミナー/講習受付 [担当] 山中

TEL 042-544-8565 FAX 042-544-8461

内容お問い合わせ

日本電子ハイテック(株) TEL 042-542-5502

\*お申し込み受付後、参加費お振り込みのご案内・会場案内図など、送らせていただきます。

\*宿泊のご案内は、ご容赦下さい。

# INFORMATION

## 講習会スケジュール

場所：日本電子(株)本社・昭島製作所 日本電子データム(株)  
時間：9:30～17:00

### 電子光学機器

装置	コース名	期間	主な内容	2月	3月	4月	5月	
TEM	基本コース	(1)TEM共通コース	TEMの基礎知識			17		
		(2)2010TEM標準コース	2010の基本操作					
		(3)1230TEM標準コース	1230の基本操作					
		(4)1010TEM標準コース	1010の基本操作			18-20		
		(5)走査像観察装置標準コース	ASIDの基本操作					
		(6)電子回折標準コース	電子回折の基本操作					
	応用コース	(1)分析電子顕微鏡コース	2日	分析電子顕微鏡の測定法				
		(2)TEM一般試料作製コース	2日	各種支持膜・粉体試料の作製技法				
		(3)生物試料固定包埋コース	1日	生物試料の固定包埋法と実習	20			15
		(4)クライオミクロトームコース	2日	ミクロトームの切削技法と実習	21-22			16-17
SEM	基本コース	(1)5000シリーズSEM標準コース	5000シリーズSEM基本操作	13-15	7-9	10-12	16-18	
		(2)5800SEM標準コース	5800SEM基本操作					
		(3)SEM標準コース	SEM基本操作					
		(4)FE-SEM標準コース	FE-SEM基本操作					
		(5)LV-SEM標準コース	LV-SEM基本操作	16		13		
		(6)クライオSEM標準コース	クライオSEM基本操作					
		(7)EDS分析標準コース	JED-2100EDS基本操作	22-23	15-16	19-20	24-25	
	応用コース	(1)SEM一般試料作製コース	1日	SEM一般試料作製技法と実習				
		(2)SEM生物試料作製コース	2日	SEM生物試料作製技法と実習				
		(3)SEM・EPMAミクロトーム試料作製コース	2日	ミクロトーム切削技法と実習				
EPMA	基本コース	(1)定性分析標準コース	8800/8900EPMA 基本操作	20-23		17-20	15-18	
		(2)定量分析標準コース	8800/8900 定量分析基本操作		5-6		21-22	
		(3)カラーマップ標準コース	8800/8900 広域マップ基本操作		7-8		23-24	
		(1)EPMA試料作製コース	2日	EPMA試料作製技法と実習				

### 分析機器

装置	コース名	期間	主な内容	2月	3月	4月	5月	
NMR	基本コース	(1)LAシリーズ	4日	1D/2Dの <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> Cの基本操作	6-9		3-6	
		(2)ALシリーズ(1)	2日	ALシリーズ基礎知識		13-14		15-16
		(3)ALシリーズ(2)	2日	1D/2Dの <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> Cの基本操作		15-16		17-18
		(4)ECPシリーズ	4日	1D/2Dの <sup>1</sup> H, <sup>13</sup> Cの基本操作	20-23	27-30	17-20	22-25
		(5)ECP短期コース	2日	ECPの基本操作(速習)	14-15	22-23		10-11
		(6)位相2D-NMR	1日	Phase Sensitive 2D測定操作	27			
	応用コース	(7)差NOE & NOESY	1日	NOE測定知識の整理と確認	28			
		(8)HOHAHA測定	1日	HOHAHA測定知識の整理と確認		1		
		(9)ROESY測定	1日	ROESY測定知識の整理と確認		2		
		(10)HMBC/HMQC	1日	HMBC/HMQC測定知識の整理と確認				29
		(11)多核NMR測定	2日	測定とデータのまとめ			24-25	
		(12)緩和時間測定	1日	緩和時間測定と注意点			26	
		(13)FG-NMR	1日	FG-NMRの解説と測定操作				30
		(14)DPFGSEコース	1日	DPFGSE法の説明と差NOEへの応用	1			31
MS	基本コース	(1)ダイオキシン基本コース	3日	MSの基礎的な測定とSIM測定	14-16	7-9		16-18
		(2)新DIOK処理	3日	新DIOKの使用法	21-23		18-20	23-25
		(3)MStation 基礎コース	3日	MSの基礎解説と低分解能測定				
		(4)GCmate コース	3日	MSの基礎解説とGC/MS測定		7-9		
		(5)精密質量測定コース	1日	EI/FABの精密質量測定	23			
		(6)Automass コース	2日	MSの基礎解説と定性・定量測定	22-23		19-20	24-25
	応用コース	(7)Automass C/Dコース	1日	化学イオン化法と直接導入法				
		(8)Automass 水分析(P&T)	2日	P&T法によるVOC分析				
		(9)Automass 水分析(H.S.)	2日	H.S.法によるVOC分析				
FT-IR	JIR WINSPECシリーズ	2日	FT-IRの基礎知識とWINSPECシリーズの基本操作(特殊アタッチメント講習は除く)					
	FIR50/60/70シリーズ	2日	FT-IRの基礎知識と50/60/70シリーズの基本操作(特殊アタッチメント講習は除く)					
ESR	JES-FAシリーズ	2日	基本操作と応用測定					

\*[NMR] 新しくECP短期コースを設けました。これまでAlphaシリーズあるいはLambdaシリーズのNMRをお使いの方のための速習コースです。一次元二次元の測定操作をこれまでの装置と異なる点に的を絞って説明します。

\*応用講習にDPFGSEコースが加わりました。磁場勾配とファンクションモジュールを上手に使った測定法を紹介いたします。

お問い合わせ・お申し込みは日本電子ハイテック(株)講習受付 山中まで。  
TEL 042-544-8565  
FAX 042-544-8461

## 編集委員

ANALYTICAL NEWSにつきましてご意見やご質問などがございましたら、どうぞ遠慮なくお寄せ下さい。

日本電子(株)営業統括本部マーケティング室 千葉 阿佐子宛  
e-mail: achiba@jeol.co.jp FAX. 042-528-3385

送付先の変更、中止等のご連絡は、送付ラベルの番号をお書き添えのうえ、下記までお知らせ下さい。

〒196-0022 東京都昭島市中神町1156  
日本電子データム(株)  
日本電子ユーザーズミーティング事務局  
e-mail: usersmt@jeol.co.jp FAX. 042-546-3352

## e-mailアドレスをお知らせ下さい

e-mail登録されたお客様への情報提供の充実を積極的に行ってまいります。

ぜひ、e-mailアドレスの登録をお願いいたします。

受付 usersmt@jeol.co.jp

メールには、e-mailアドレス、ご住所、ご氏名、大学・機関・会社名、ご所属、ご研究分野、電話番号、Fax番号をご記入下さい。

ご登録いただいたe-mailアドレスは厳重に管理いたします。



2001年1月発行 No.046

編集発行/日本電子データム(株)

ホームページアドレス  
日本電子データム(株) <http://www.datum.jeol.co.jp>  
日本電子(株) <http://www.jeol.co.in>

## 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

営業統括本部：〒190-0012 東京都立川市曙町2-8-3・新鈴春ビル3F TEL(042)528-3353 FAX(042)528-3385

支店：東京(042)528-3261・札幌(011)726-9680・仙台(022)222-3324・筑波(0298)56-3220・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)261-3790  
高松(087)821-8487・福岡(092)411-2381

## 日本電子データム株式会社

本社 〒196-0022 東京都昭島市中神町1156

TEL(042)542-1111 FAX(042)546-3352

センター：東京(042)526-5020・札幌(011)736-0604・仙台(022)265-5071・筑波(0298)56-2000・横浜(045)474-2191  
名古屋(052)586-0591・大阪(06)6304-3951・広島(082)261-2631・高松(087)821-0053・福岡(092)441-5829