



- トピックス
- 技術情報
 - マリーゴールド、抹茶のにおい成分のHS/GC/MS分析
- 新製品紹介
 - 電子顕微鏡 JEM-1400
- 製品情報
 - FT NMR装置用アタッチメント MICCS-NMR
- 技術情報
 - バイオポリマー漆の謎(1)
ー熱分解GC/MSによる漆膜の構造解析ー
- 製品紹介
 - キャピラリーカラムZebronシリーズ
- JEOL DATUM INFORMATION
- 講習会スケジュール

国際顕微鏡学会 IMC16

(The 16th International Microscopy Congress)



IMC16 (The 16th International Microscopy Congress) が、9/3(日)～9/8(金)の6日間に渡り札幌コンベンションセンターにて開催されました。日本での開催は、前回の京都開催から20年振りとなりました。本学会には、世界各国から約2,000名の参加者がおり、国際会議にふさわしく海外からの参加者も多く、学会場に入るとどこか外国へ来た様な錯覚を覚えるほどでした。学会は大変盛況で活気に満ちており、学術発表、ポスターセッションで、数々の新技術や応用例が発表され活発な討議が行われておりました。本学会には、9/6(水)に天皇、皇后両陛下の行幸啓を賜りました。その際、弊社展示ブースも両陛下にご見学頂きました。弊社社長原田のご説明で、収差補正装置付きフィールドエミッション分析電子顕微鏡2100F/Csによる準結晶の原子分解能像をご覧頂きました。陛下は、大変ご熱心に原子分解能像をご覧になっておられました。弊社は学術講演8件、ポスターセッション13件などと共に、ランチョンセミナー2件と併設の企業展示に参加いたしました。展示会においては、収差補正装置付きフィールドエミッション分析電子顕微鏡(JEM-2100F/Cs)、コンパクト走査電子顕微鏡(JCM-5700)、集束イオンビーム加工観察装置(JEM-9320FIB)、断面試料作製装置・クロスセクションポリシャ(SM-09010)、薄膜試料作製装置・



イオンスライサ(EM-90100IS)、ライカ製加圧凍結装置(EM-PACT2)の実機展示の他、フィールドエミッション分析走査電子顕微鏡(JSM-7500FA)は、弊社昭島にありますデモ用装置と学会場を光回線で結び学会場のPCからリモートデモを実施致しました。

企業展示は、50社を越える企業が出展し学会同様大盛況で、弊社ブースにも大変多くのお客様が訪れて頂きました。特に、収差補正装置付きフィールドエミッション分析電子顕微鏡(JEM-2100F/Cs)は、フルブックングの状態で行い大きな反響がありました。また、弊社展示ブースは、参加者の方々との情報交換などの場としてもご利用頂けたものと思います。

最後に、次回開催地は、投票の結果、リオデジャネイロ(ブラジル)に決定いたしましたことをご報告させていただきます。

電子光学営業本部 平林嘉之

マリーゴールド、抹茶のにおい成分の
HS/GC/MS分析

JEOL DATUM

JMS-GCmate

ヘッドスペース(HS)分析とは

HS/GC/MS分析は水中の揮発性有機物(VOC: Volatile organic compounds)の分析に多用され、すでに水道水のトリハロメタンなどの分析法として確立されています。HS分析では水道水を20mLと多く採取することにより希薄濃度試料(0.1ppb以下)でも分析が可能になります。ヘッドスペース導入の簡単な方法は試料を入れた密閉されたバイアル瓶を適度な温度で加熱し、発生した揮発性成分を注射器で採り、GCカラムに直接導入し分析します。これをシステム化したものがヘッドスペース導入装置です。作業効率を高めるために連続測定ができるようになっています。試料を採取した試料管を取り付け、一定温度に加熱し、振とうさせ効率よく有機成分を追い出し、ヘッドスペース部分を取り、ループに溜め、GC/MSに導入するシステムです。

試料は液体、固形、粉末でも構いません。バイアル瓶に入れ、発生する有機物を分析します。これらの分析ではひとつの方法として水蒸気蒸留により試料を濃縮して測定していました。しかしこのような手法では低沸点成分は溶媒と重なったり、飛散することもあります。HS装置を用いると試料中の有機物成分が前処理なしにそのまま分析でき、低沸点成分も評価できます。例としてマリーゴールドの花と抹茶のにおい成分に注目して分析してみました。

[マリーゴールドの葉っぱの分析]

マリーゴールドはキク科タゲテス属の一年草の植物です。4月下旬から9月上旬にかけて黄～オレンジ(主に)の花を咲かせます。花ことばは、『やさしさと思いやり』です。その花の色のあざやかさ、手入れの簡単さからガーデニングで楽しまれています。独特のにおいがあり虫が寄り付かないため別名“除虫菊”といわれています。このにおい成分をHS/GC/MSを用いて検討しました。22mLの試料容器にマリーゴールドの花びらを採取し測定にかけました。測定条件は以下に示します。

【HS/GC/MS 条件】

HS:Tekmar7000、加熱温度:80℃、加熱時間:10分
カラム:メチルシリコン、30m、0.25mmid、膜厚 5μm
オープン:40℃(5min) - 10℃/min - 220℃(7min)
装置:JMS-GCmate
イオン化電圧:70eV、イオン化電流:300μA
イオン源温度:220℃、PM電圧:400V
測定質量範囲:m/z35~m/z300/0.7sec

図1にマリーゴールドの花びらのTICを示します。マリーゴールドの花は6本のピークが強く出現しました。花と葉それぞれから得られたピークのマススペクトルについてライブラリー検索から解析した結果、ピネンやリモネンなどのモノテルペン成分を評価することができました。

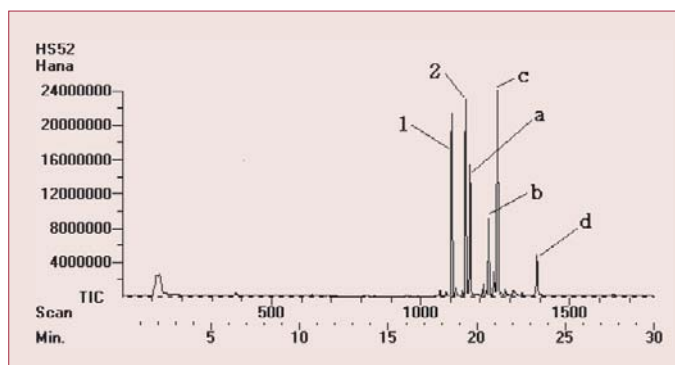


図1. マリーゴールド(花びら)のトータルイオンクロマトグラム

[抹茶の分析]

市販の抹茶のにおい成分をHS/GC/MSを用いて検討しました。22mL容器に抹茶0.2gを採取し、HS(Tekmar7000)を用いて測定を行いました。測定条件は、以下に示します。また、TICを図2に示します。

【HS/GC/MS 条件】

HS:Tekmar7000、加熱温度:80℃、加熱時間:10分、
サンプルループ:1 mL
カラム:メチルシリコン、30m、0.25mmid、膜厚 5μm
オープン:40℃(5min) - 10℃/min - 220℃(7min)
装置:JMS-GCmate
イオン化電圧:70eV、イオン化電流:300μA
イオン源温度:220℃、PM電圧:400V
測定質量範囲:m/z35~m/z300/0.7sec

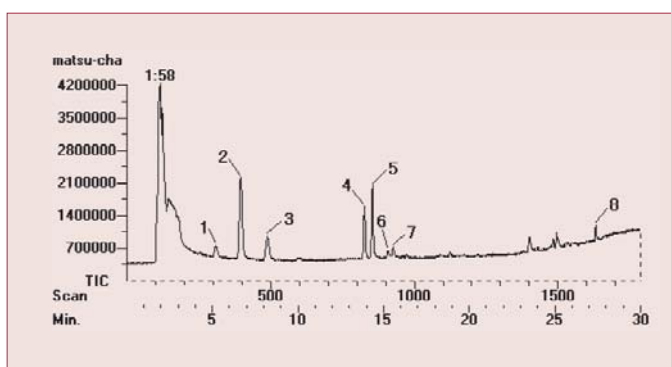


図2. 抹茶のトータルイオンクロマトグラム

検出されたマススペクトル解析を行い、またライブラリー検索結果から、以下の物質を推定しました。

1. アセトン	5. 2-メチルブタナル
2. ジメチルサルファイド	6. シクロブタンメタノール
3. 2-メチルプロパナル	7. ペンタナル
4. 3-メチルブタナル	8. ドデカン

JEM-1400は、初心者から研究者まで満足のいく結果を提供する最高加速電圧120kVの透過形電子顕微鏡です。



*外観写真にはオプションが含まれています。

高コントラストな電子光学系

医学・生物・高分子分野では、高コントラストな像が得られる電子光学系が不可欠です。JEM-1400は新設計の高コントラストで高分解能な対物レンズを使用しています。また、TEM像において最適なコントラストを得るためには最適なアンダーフォーカス量に設定する必要があります。この設定は、倍率に応じて自動的に設定されます。非点補正量は対物レンズの強度が変化すると一般的に変化します。JEM-1400では対物レンズの強度が一定となる結像方式を採用しているために、納入調整時の状態で使用すれば再調整は必要ありません。

コンピュータ制御の高性能ゴニオメータステージ

全軸(X、Y、Z移動、X(Y)傾斜)がコンピュータ制御された高性能サイドエントリゴニオメータステージを採用しています。このステージでは、低倍から高倍まで倍率によって最適な最小移動ステップが自動的に設定されますので、ユーザは常に快適にかつ直感的に操作することができます。試料移動は、片手で直感的な操作ができるトラックボールと連続移動が可能な押しボタンスイッチの両方が併用できます。また、高傾斜性能に優れているため、TEMトモグラフィに最適なゴニオメータステージです。

トータルシステムのデジタルCCDカメラ

JEM-1400は、「鏡筒はデジタルカメラのレンズ」という発想で設計されており、新規開発された専用のデジタルCCDカメラ

が標準搭載されています(デジタルカメラ構成時)。このカメラはJEM-1400用に最適化されています。また、明るさ補正機能などが搭載されているため、ワンクリックでいつでも気軽にTEM像が撮影でき、撮影した画像データは電子データとして保存されます。

最新技術を駆使した操作環境(TEM Center)

JEM-1400の操作環境TEM Centerは、最新のWindows技術を駆使して開発されています。デジタルカメラの像はこのTEM Centerに表示されます。標準画面は、日常操作において必要最小限の機能がコンパクトに配置され、初心者にもわかりやすいGUIとなっています。一方、装置を熟知している研究者用として、レンズや偏向コイルなど装置の構成要素を直接操作できるようなGUIも用意されています。

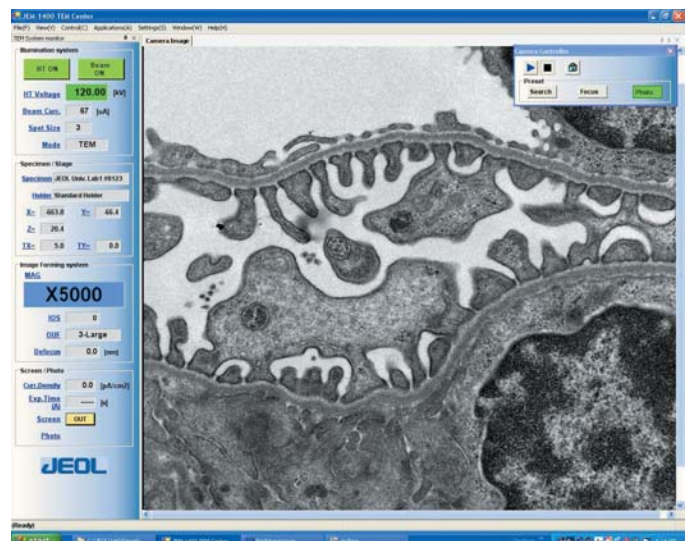
困ったときのJenie

JEM-1400には、操作の案内人としてTEM Navigation Jenie(JEOL Electron microscope Navigation Interactive Engine)が装備されており、操作手順を動画を併用しながら分かりやすく教えてくれます。

Jenieは、フィラメント交換後の軸合わせ手順など、非日常的な操作も案内してくれるため、初心者のみならず装置管理者にとっても頼もしいパートナーです。また、操作手順は追加・編集が可能ですから、教育プログラムとして、あるいはルーチン処理用としてユーザ独自のナビゲーションファイルを作成できます。

魅力的なオプション

JEM-1400の制御システムは上位機種から継承されており、フルデジタル制御の走査像観察装置、EDSシステム、電子線トモグラフィ、試料汚染防止用のクライオフィン、各種試料ホルダなど多くの魅力的なオプションが用意されています。



統合操作環境 TEM Center

Interactive Microscope for All

顕微鏡 JEM-1400

主な仕様

構成 ¹⁾	ハイコントラスト構成		STEM構成	
	デジタルカメラ構成	フィルムカメラ構成	デジタルカメラ構成	フィルムカメラ構成
分解能				
粒子像	0.38 nm			
格子像	0.20 nm			
加速電圧	40、60、80、100、120 kV			
最小可変量	33 V			
電流安定度				
高圧電源	$2 \times 10^{-6}/\text{min}$			
対物レンズ	$1 \times 10^{-6}/\text{min}$			
プローブ径	0.2 μm diameter (W)		50 nm diameter (LaB ₆) ²⁾	
倍率				
MAGモード	$\times 200 \sim 800,000$		$\times 1,000 \sim 600,000$	
LOW MAGモード	$\times 50 \sim 1,000$		$\times 50 \sim 1,000$	
SA MAGモード	$\times 2,000 \sim 300,000$		$\times 2,500 \sim 300,000$	
カメラ長				
制限視野回折	150 ~ 3,500 mm		150 ~ 3,000 mm	
高分散回折	4 ~ 80 m		4 ~ 80 m	
試料ステージ				
試料傾斜角	$\pm 25^\circ$ ³⁾ $\pm 70^\circ$ ⁴⁾		$\pm 30^\circ$ $\pm 70^\circ$	
試料移動量	X、Y： ± 1.0 mm Z： ± 0.5 mm			
撮影装置				
デジタルCCDカメラ	標準	オプション	標準	オプション
フィルムカメラ	—	標準	—	標準
走査像観察装置	—		オプション	

- 1) 発注時にいずれかの構成を選択してください。
- 2) LaB₆はオプションです。
- 3) 標準ホルダ使用時です。
- 4) 高傾斜試料台 (EM-21311HTR：オプション) 使用時です。

設置室条件

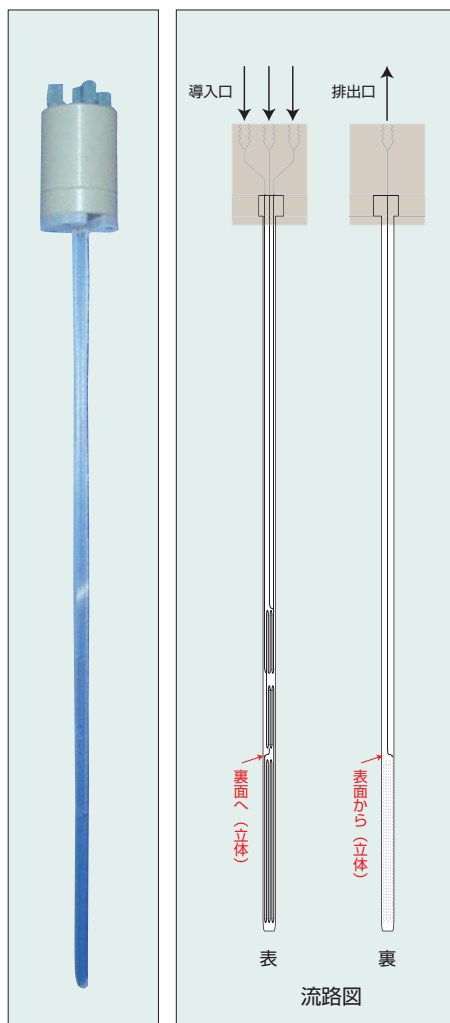
室温	15 ~ 25℃、変動：1.0℃/h以下
湿度	60%以下
本体電源	単相200V、50/60Hz、6kVA (走査像観察装置装着時：12kVA)
冷却水	水量：5L/min、水温15 ~ 20℃、 水温変動：0.1℃/h以下
床面積	2,700 (W) × 3,000 (D) mm以上
天井高さ	2,600 (H) mm以上
出入口	800 (W) × 1,800 (H) mm以上

設置寸法/質量

	高さ (mm)	幅 (mm)	奥行 (mm)	質量 (kg)
電子顕微鏡	2,182	2,076	1,795	900
電源筐体	1,250	570	800	250
後部筐体	843	750	450	90
ロータリーポンプ	270	180	465	25
エアコンプレッサ※ (EM-CP10)	710	420 Φ		45

※オプション

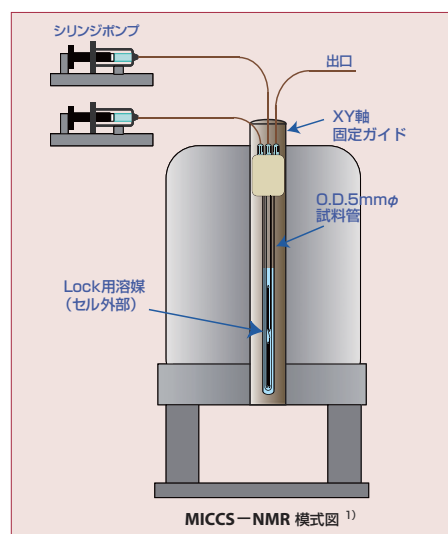
※外観・仕様は改良のため予告なく変更することがあります。



MICCS-NMR

MICCS (Micro Channeled Cell for Synthesis monitoring) は、マイクロ単位の溝(流路)を持ったガラス製のセルです。5mm φ用NMRプローブと組み合わせることで、高分解機能フロー測定を行うことができ、化学反応の過程を直接解析することができます。シリンジポンプを用いて、原料試料を別々の導入口からセルに導入し、プローブ内で混合・反応させます。

1) 下図は2液混合のときの模式図です。



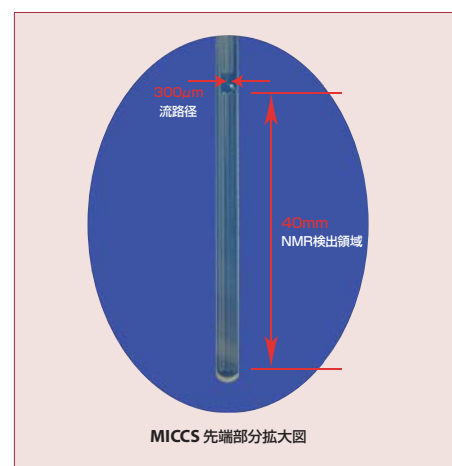
MICCS-NMR 模式図¹⁾

MICCSの世界

MICCSは、微小な反応場を利用することで、新しい世界を実現します。

- ・リアルタイムモニタリング (デッドボリュームの少なさ)
- ・高反応性(接触界面の大きさ)
- ・高分解能フローNMR測定
- ・反応温度コントロールの容易さ²⁾
- ・反応時間コントロール (流量変化の容易さ)
- ・省試薬

2) 温度コントロールはNMR装置の制御機能を用います。



MICCS先端部分拡大図¹⁾

主な仕様

試薬導入部品質	ダイフロン等
反応検出部品質	パイレックスガラス
試薬導入部品・反応検出部品接続用材質	
・ネジ	真鍮
・ガイドピン	チタン等
チャンネルサイズ	
・幅	300±30μm
・深さ	100±10μm
・長さ 反応部	15×4mm
検出部	40×6mm
試薬導入口	3穴(3液混合)
試薬排出口	1穴
¹ H線形	≦1.5 Hz(クロロホルム)
使用温度範囲	分光計(プローブ)および 溶媒に依存
試薬導入量範囲	0.1~100μL/min

*シリンジサイズ、シリンジポンプ性能、試薬溶液の粘性、配管抵抗等に依存します。

周辺部品

XY軸固定ガイド	1式
架台	1式
シリンジポンプ	1式
・コントローラー	1ヶ
・送液ポンプ	3ヶ
配管	フューズドシリカキャピラリー
配管接続部品	0.375 O.D.×0.15 I.D. mm
試薬導入部	アップチャーチ: PEEK製 フィッティングFX124Hx
シリンジ部	LC用1/16インチユニオン&オシネ チューピングスリーブ(1/16インチ O.D.×0.4~0.5 mm I.D.)
シリンジ	ルアーロックガスタイトシリンジ 1mL×3本
適応推奨機種	JNM-ECA/ECXシリーズ
その他の機種に関しましては	お問い合わせください。

その他

- ・沈殿物を生成する反応では、流路が詰まる可能性があります。
- ・ガスを発生する反応では、測定中に分解能が低下する可能性があります。
- ・本製品は、リフラックスさせる反応には適しません。



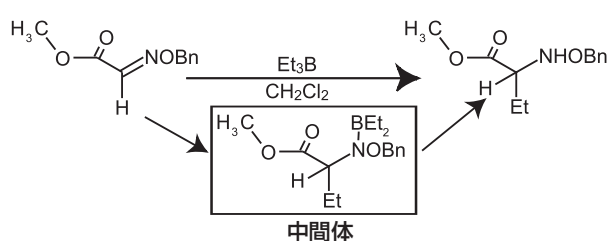
反応をリアルタイムモニタリング！！

アタッチメント MICCS-NMR

反応経路の解析

MICCS-NMRでは原料の流速比率を変えることで、**反応経路〔原料→(中間体)→生成物〕の解析を行うことができます。**

下のスペクトルは、アミン合成に用いられる、トリエチルボランとオキシムエーテルのラジカル付反応経路解析例です。比率を変えていくことで、スペクトルはオキシムエーテル(図中青枠)から中間体(赤)、生成物(黄色)トリエチルボラン(橙)、メタノール(桃)へと変化しています。



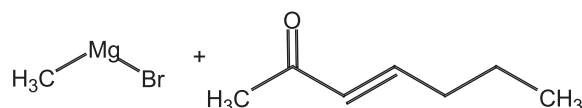
試料ご提供：神戸薬科大学薬品科学研究室
内藤 猛章 先生
宮田 興子 先生
上田 昌史 先生

反応速度の解析

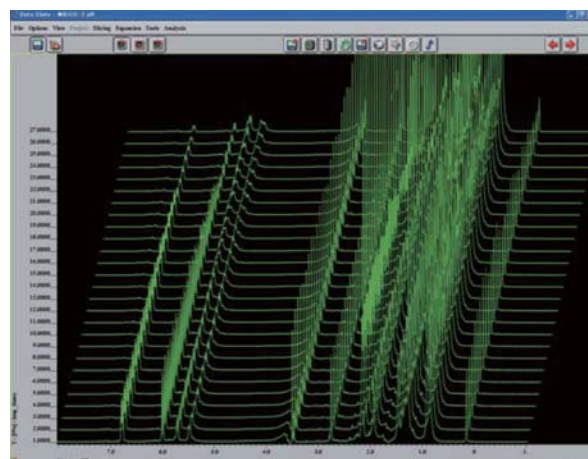
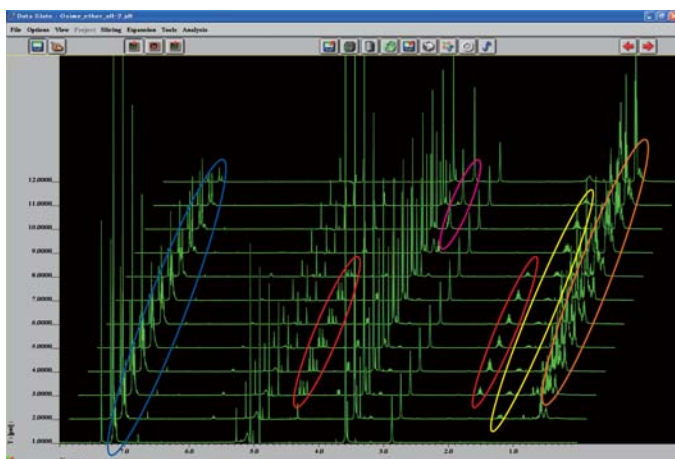
MICCS-NMRでは、反応原料を等量で混合し流速を変え反応時間を制御することで、

反応速度の情報を得ることができます。

下のスペクトルは3-ヘプテン-2-オンとメチルグリニャールを用いたグリニャール反応の解析例です。流速の速い条件下(図中下側)では、原料の信号がそのまま観測されていますが、流速が遅くなるにつれて、中間体や生成物が観測されています。



測定ご協力：横浜大学分析センター 中越 雅道 先生



オキシムエーテル	トリエチルボラン	メタノール
10.0	0.5	0.0
9.0	1.0	0.0
8.0	2.0	0.0
7.0	3.0	0.0
6.0	4.0	0.0
5.0	5.0	0.0
5.0	5.0	0.5
4.5	4.5	1.0
4.0	4.0	2.0
3.5	3.5	3.5
2.0	4.0	4.0
1.0	5.0	5.0

μL/min

スライス番号	3-ヘプテン-2-オン	メチルグリニャール
1~3	8.5	8.0
4~6	5.0	5.0
7~9	4.0	4.0
10~12	3.0	3.0
13~15	2.0	2.0
16~18	1.0	1.0
19~21	0.5	0.5
22~24	0.2	0.2
25~27	0.1	0.1

μL/min

1. はじめに

高分子の熱分解成分から化学構造を検討する試みは分析的熱分解として古くから行われてきた。しかし、再現性が悪いことや熱分解成分の解析に時間が掛かるなどの問題があったため、実際にはこれまであまり応用されなかった¹⁾。近年、熱分解装置(Py)とガスクロマトグラフ(GC)、質量分析装置(MS)とを接続した画期的な手法である熱分解ガスクロマトグラフィー/質量分析法(Py-GC/MS)が考案されこれらの問題点が解消された。この手法では試料の形状を気にせずにごく微量な試料(0.01~1 mg)から発生する熱分解成分をガスクロマトグラフによって分離し質量分析装置によって成分を同定することができる。そのため熱分解成分の解析を再現性よく短時間で行うことが可能である。現在では、高分子の特性や構造を解析する手法として幅広く利用されている。

今回、本法を漆膜の構造解析に応用した。漆は数千年以上の昔から塗料として使われており、各種合成樹脂が発達した現在でもその耐久性は高く評価されている。また、酵素で重合するただ一つの実用的な塗料であり、溶媒や添加剤などの化学物質を用いないため環境への負荷が少ない。合成樹脂による環境破壊が社会問題となり、化石資源の枯渇が懸念されている現代において、漆等の天然樹脂を変性したバイオミメティック材料の開発はグリーンケミストリーの精神とも合致し今後の発展が期待されている。しかし、漆膜の構造はこれまであまり解明されておらず未だ不明な点が多く残されている。これは漆膜が溶媒に不溶なため分析手法が限られているためでもある。今回Py-GC/MSによりこれらの不明であった点の一部を解明し、漆膜の耐久性構造を明らかにすることができたので紹介する。



図1 熱分解GC/MSシステム構成図

2. 熱分解GC/MSについて

1) 熱分解GC/MSの原理

測定に用いた熱分解GC/MSシステムを図1に示した。今回測定に用いたのは二段熱分解が可能な加熱炉型の装置(フロンティア・ラボ製PY-2020iD)である。熱分解装置はガスクロマトグラフの注入口に接続され、高分子試料の熱分解はHeのキャリアガス気流中で行われる。発生した熱分解成分はキャリアガスと共にガスクロマトグラフに導入される。ガスクロマトグラフ中にはキャピラリー分離カラム(Ultra Alloy PY-2, 30 m × 0.25 mm I.D., 膜厚0.25 μm)が設置されており熱分解成分はこれによって分離される。その後、保温されたインターフェースを介して質量分析装置(JMS-Q1000GC K9)に送られる。質量分析装置で各成分は電子イオン化法(EI法)によってイオン化され(イオン化電圧70eV)、マススペクトルが検出される。

2) 二段熱分解法とは

今回、漆塗膜の分析に応用したPy-GC/MS法は瞬間熱分解法と二段熱分解法である。瞬間熱分解法は一段熱分解法とも呼ばれ最も一般

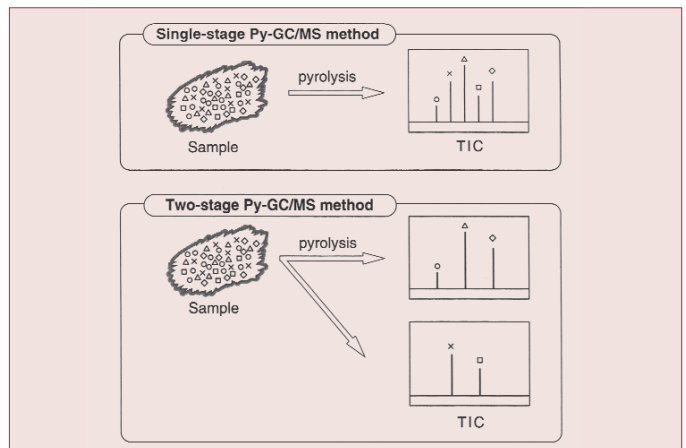


図2 一段熱分解法と二段熱分解法で得られるTICの比較

的な熱分解法である。この方法は操作が容易であり短時間で測定できるのが特長である。しかしその反面、ブレンドポリマーや天然高分子のような複雑な材料への応用では多種類の熱分解生成物が同時に検出されるため、得られるトータルイオンクロマトグラム(TIC)がたいへん複雑になる。そのためTICの解析が難しくなるという問題点があげられる。これらの問題点を解消するために考案されたのが二段熱分解法である。一段熱分解法は試料を高温で一度に熱分解する方法であるのに対して、二段熱分解法は比較的低温で熱脱着や熱分解された試料を再び高温で熱分解する方法である²⁾。図2に二種類の熱分解法で得られるTICを模式的に示した。低沸点成分と高沸点成分を含んだ試料を一段熱分解法で分析すると、図に示したように各成分が同時にTIC上に検出されるため煩雑になる。このように成分数が多数になるとピークとピークが重なり合い、得られるマススペクトルは多成分の混合スペクトルとなる。そのため同定が困難になる。これに対し、二段熱分解法では低沸点成分と高沸点成分を二つの異なったTICとして検出できるため、各TICが単純化される。そのため、たとえ成分数が多数であったとしてもクロマトグラム上でのピーク分離は一段法と比較すると容易になり、マススペクトルによる同定の精度が向上する。

3. 漆膜の構造解析

Py-GC/MSで得られるTIC上のピークは測定時の加熱炉温度によってピーク強度や検出される成分の種類が異なる。そのためキャラク

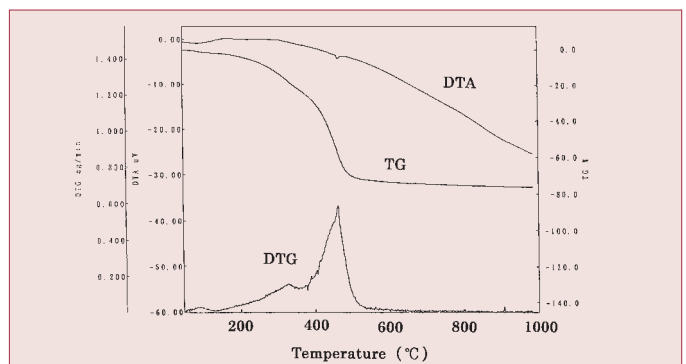


図3 漆膜のTG/DTA測定結果

オポリマー漆の謎(1) /MSによる漆膜の構造解析-

JMS-Q1000GC K9

タリゼーションの目的にあった加熱炉温度を選定することが重要である。そこで本試料の熱分解温度を確認するため、熱重量/示差熱分 (TG/DTA 分析) 測定を行った。その結果を図3に示した。TG/DTA 測定結果より、漆膜は約200~400℃で徐々に熱分解し、約400~500℃でより多くが熱分解することが分かった。

上記のTG/DTA 測定結果より漆膜は200~500℃で熱分解することが明らかになった。そこで、加熱炉温度200~500℃で漆膜の熱分解分析を検討した。まずはじめに一段熱分解法によって200, 300, 400, 500℃の各加熱炉温度で漆膜を分析した。

その結果を図4に示した。200℃では熱分解成分があまり検出されなかったが、300, 400℃に昇温すると徐々に熱分解成分が増加していることが観測された。また、500℃では漆膜の熱分解がより進行し、TICがたいへん複雑になった。このように各TICで検出される熱分解成分は加熱炉温度の上昇に伴って増加しており、TG/DTA 測定結果とよい一致を示した。

次に二段熱分解法による分析を行った。漆膜の一片0.5mgを試料カップに入れ、熱分解装置上部にセットした。次に試料カップを加熱炉温度400℃にセットした炉に降ろし熱分解した。得られた分析結果は図4(c)で示した400℃のTICと同様の結果であった。400℃での測定が終了した後、試料カップを熱分解装置の上部に引き上げ、

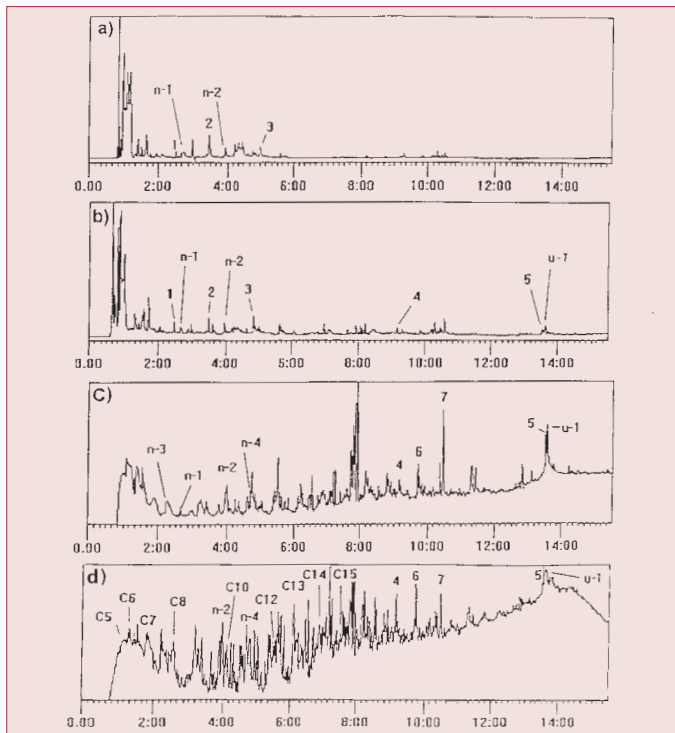


図4 一段熱分解法によって得られた漆膜のTIC
a) 熱分解温度200℃、b) 熱分解温度300℃
c) 熱分解温度400℃、d) 熱分解温度500℃

n-1: butanoic acid n-2: hexanoic acid n-3: toluene n-4: 4-methylphenol
u-1: 3-pentadecylcatechol 1: 3-methyl-2-hexanol 2: methoxy-1-phenylethanone
3: 1-isopropoxybutane 4: 3-hexylcatechol 5: 3-pentadecylcatechol
6: 3-heptylcatechol 7: hexadecanoic acid C5: pentane C6: hexene
C7: heptane C8: octene, octane C10: decene, decane C12: dodecene, dodecane
C13: tridecene, tridecane C14: tetradecene, tetradecane
C15: pentadecene, pentadecane

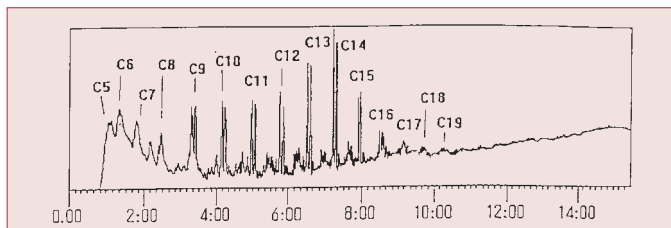


図5 二段熱分解法 (400, 500℃) によって500℃で得られた漆膜のTIC
C5: pentane C6: hexene C7: heptane C8: octene, octane C9: nonene, nonane
C10: decene, decane C11: undecene, undecane C12: dodecene, dodecane
C13: tridecene, tridecane C14: tetradecene, tetradecane
C15: pentadecene, pentadecane C16: hexadecene, hexadecane
C17: heptadecene, heptadecane C18: octadecene, octadecane
C19: nonadecene, nonadecane

加熱炉温度を500℃にリセットした。炉の温度が設定温度に達した所で試料カップを再び炉に降ろし熱分解した。得られたTICを図5に示した。一段法によって得られたTIC (図4 d) と比べてより簡素化されていることが確認できる。TIC上に規則的に検出されたピークはマススペクトルよりC5~C19の一連のアルケンおよびアルカン成分であると同定された。これらの成分は一段法によって得られたTICにおいても検出されている。従って、これらは400℃の加熱によって試料が再重合した生成物に起因するものではないことが分る。これらの成分の熱分解機構を考察することにより、漆膜では図6に示したような側鎖間の架橋構造がかなり進行していることが明らかになった³⁾。これまで環と側鎖の重合は確認されていたが、側鎖間の重合は確認されていなかった。今回の測定により側鎖間のネットワークが確認され、これによって漆膜の三次元網目構造がより強固に構築されていることが判明した。

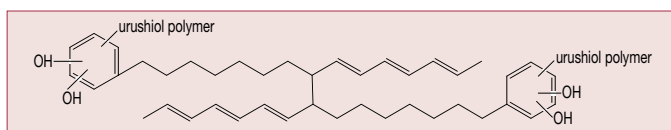


図6 ウルシオールポリマーの側鎖間架橋構造

4. まとめ

Py-GC/MSの二段熱分解法を漆膜の構造解析に応用した。その結果、一段法に比べてTICが簡素化され、規則的なピークを検出することができた。このようにして得られたTICからは混合スペクトルではなく単一成分のマススペクトルを得ることができた。また、TICの解析が容易になったため、各成分の同定作業時間が短縮され、解析結果の信頼性も向上した。このように二段熱分解法は複雑な材料である漆膜の分析にたいへん有効であり、これによって漆膜が側鎖間の架橋構造を含めた3次元網目構造によって抜群の耐久性を発現していることを突き止めることができた。今回の情報が今後のバイオミメティック材料の開発に大きく貢献することを期待している。

参考文献

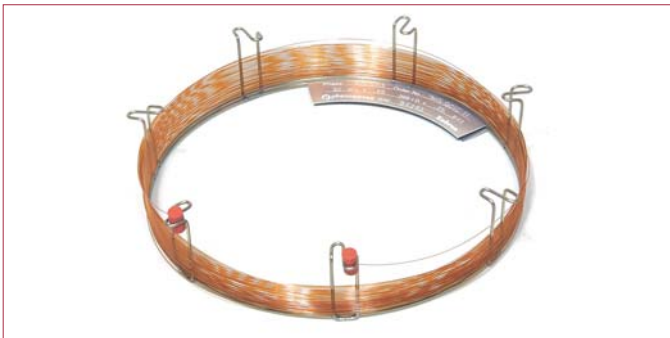
- 1) 植植新, “高分子の熱分解ガスクロマトグラフィー基礎およびデータ集”, テクノシステム, P.3, (1991).
- 2) N. Niimura, T. Miyakoshi, J. Onodera, T. Higuchi, J. Anal. Appl. Pyrolysis, **37**, 199 (1996).
- 3) N. Niimura, T. Miyakoshi, J. Mass Spectrom. Soc. Jpn. **51**, 439 (2003).

JEOL DATUM

Phenomenex 社製

新開発の自己架橋ポリマー技術*を採用して、従来のキャピラリーカラムに比べ、優れた特長を持っています。

*自己架橋ポリマー技術(ESC: Engineering Self Cross-linking polymer technology)



◇標準的な液相

- 分離特性は一般的なキャピラリーカラム (非ローブリードタイプ) に似ています。
- 従来の使用カラムからの置き換えが容易にできます。

◇ローブリード

- 微量分析に不可欠な高感度分析が可能です。
- 検出器の汚染が極めて低く、安心して使用できます。
- ベースラインが容易に安定します。
- 昇温条件下でも安定したベースラインが得られます。

◇使用温度範囲が広い

- 微量高沸点物質をすばやくパーズできます。
- 膜厚の薄いカラムを選ぶ必要がありません。

◇高性能で、低価格

- お求めやすい価格設定。

ZB-5ms, ZB-1, ZB-5, ZB-35, ZB-50はGCMS用として、最適なカラム。

高温分析条件下でのブリーディングという従来のキャピラリーカラムの欠点を克服し、クロマトグラムや分離特性にほとんど影響しない新しいポリマー技術を持ったキャピラリーカラムです。

分画されたポリマーにより、単一分子量の分配を確実にしています。さらに、低分子の微量不純物を取り除くことに成功し、高温における低ブリードを実現しています。

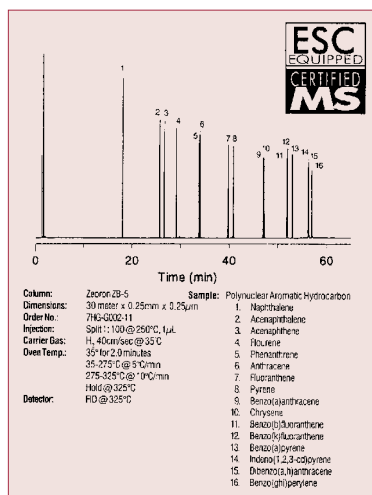
ポリマーを一度コーティングすると最適条件下でカラムは架橋され、表面結合し、網目構造を形成します。これによりカラムを推奨使用温度以上で使用しても低ブリードを保持します。また、カラム自身の堅牢性が増し、ケミカル洗浄が可能となります。

ZB-5 5%-phenyl-95%-dimethylsiloxane相当



使用温度範囲 -60° to 360/370°C

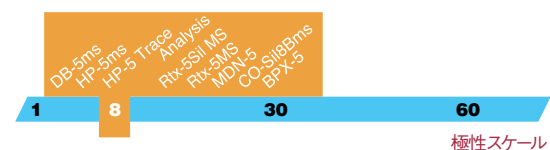
- ・汎用・多目的微極性カラム
- ・強酸性/強塩基性化合物の分析
- ・高不活性カラムでシャープで対称性に優れたピーク
- ・分離確認用として、まず第1に選択すべき液相
- ・揮発性物質、中揮発性物質、酸化防止剤、精油の分析



■ ZB-5アプリケーション

Alkaloids	Drugs	FAMES
Halo-hydrocarbons	Phenols	Pesticides/Herbicides

ZB-5MS 5%-phenyl-95%-dimethylpolysiloxane または Polysilylene dimethylpolysiloxane相当



使用温度範囲 -60 to 325/350°C (膜厚>1.0µmの場合は300/320°C)

- ・ Polysilylene を骨格にもつ ZB-5 同等品
- ・ 極低ブリード
- ・ 極めて不活性
- ・ GCMS の高感度分析で使用すべく S/N 比が向上
- ・ 化学結合型で、洗浄が可能
- ・ USP G27 メソッド規定の液相に準拠

■ ZB-5MSアプリケーション

Alkaloids	Residual Solvents	Drugs	PCBs/Aroclors
FAMES	Essential Oils/Flavors	Halo-hydrocarbons	Solvent Impurities
Phenols	Semi-volatiles	Pesticides/Herbicides	—

■ お問い合わせは

日本電子データム株式会社 販売本部
TEL 042-526-5098 FAX 042-526-5099

「2006分析展」

JEOLブースで分析機器を一堂に技術紹介

第44回分析展は2006年8月30日(水)～9月1日(金)の3日間幕張メッセ4、5、6の3ホールを使用して開催されました。今回の分析展のキャッチフレーズは「分析から未来へのアプローチ」のもと、昨年に引き続き2万人を越える入場者がありました。

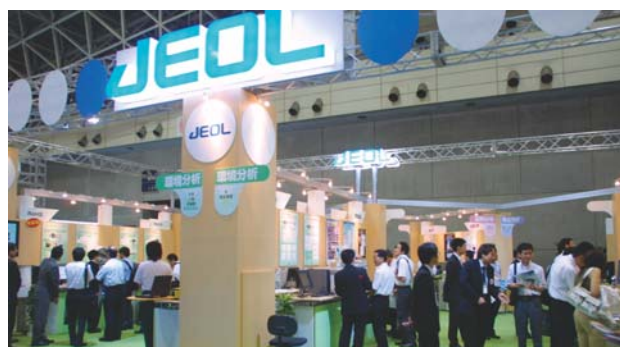
JEOLブースは6ホールで《お客さまの『徹底した解析』を『豊かなソリューション技術』でサポートします》をテーマに、それぞれ関連製品をソリューション別に展示しました。特に、残留農薬のポジティブリスト制度に基づく分析に役立つ卓上形質量分析計、創薬関連で期待の大きいDARTイオン源付 LC-TOF MS。

また、材料分析分野で現場対応のできる走査電子顕微鏡“キャリアスコープ”など、多くの関心と高い評価を受けました。

なお、次回「2007分析展」は、場所は同じく幕張メッセで2007年8月29日(水)～31日(金)で開催されます。

《2006分析展入場者数》 ()は昨年

第1日目：	6,418名	(6,067名)
第2日目：	6,719名	(6,414名)
第3日目：	8,071名	(8,121名)
合計	21,208名	(20,602名)



セミナー開催のご案内

①第2回よくわかる環境分析

とき 2006年10月26日(木)～27日(金) 2日間
 ところ 日本電子データム(株) 大阪センター会議室(新大阪)
 講師 愛媛大学 松田宗明先生

定員 30名
 参加費 49,350円(消費税込)

②第28回MSセミナー“やさしいマスペクトル解析を学ぼう”

とき 2006年12月13日(水)～14日(木) 2日間
 ところ 日本化学会館5階会議室(東京・御茶の水)
 講師 愛知教育大学名誉教授 中田尚男先生

定員 40名
 参加費 49,350円(消費税込)

③MSセミナー“第9回実践マスペクトロメトリー”

とき 2007年1月25日(木)～26日(金) 2日間
 ところ 日本電子データム(株) セミナー室(昭島)
 講師 横浜市立大学 高山光男先生

定員 40名
 参加費 49,350円(消費税込)

●お問い合わせ

日本電子データム(株) 販売本部
 TEL:042-526-5095 FAX:042-526-5099

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

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

*宿泊のご案内は、ご容赦下さい。

2006 JEOL 分析機器セミナー&ユーザーズミーティング開催のお知らせ

例年開催しており、多くのユーザーよりご好評をいただいております
 「JEOL 分析機器セミナー&ユーザーズミーティング」を下記の通り、開催いたします。
 詳しくは弊社よりのダイレクトメールにて、ご案内いたします。

2006 JEOL 分析機器セミナー&ユーザーズミーティング

分析機器MSセミナー

(MSユーザーズミーティング東京) 11月14日(火)・15日(水) 東京大学武田先端知ビル武田ホール

分析機器NMRセミナー

(NMRユーザーズミーティング東京) 11月16日(木)・17日(金) 東京大学武田先端知ビル武田ホール

MSユーザーズミーティング(京都) 11月28日(火) ばるるプラザ京都

NMRユーザーズミーティング(京都) 11月29日(水) ばるるプラザ京都

NMRユーザーズミーティング(名古屋) 2007年1月17日(水) 安保ホール

NMRユーザーズミーティング(広島) 2007年1月18日(木) RCC文化センター

MSユーザーズミーティング(福岡) 2007年1月18日(木) 福岡中小企業センター

NMRユーザーズミーティング(福岡) 2007年1月19日(金) 福岡中小企業センター

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	11月	12月	1月	2月	
TEM	基本コース	(1)TEM共通コース	TEMの基礎知識			23		
		(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			24~26		
		(5)走査顕微鏡装置標準コース	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		5~6			
	応用コース	(1)分析電子顕微鏡コース	分析電子顕微鏡の測定法	1~2	7~8			
		(2)TEM一般試料作製コース	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	生物試料の固定包埋法と実習	15			21	
		(4)ウルトラミクロトームコース	ミクロトームの切削技法と実習	16~17			22~23	
		(5)クライオミクロトームコース	クライオミクロトームの切削技法と実習					
		(6)急速凍結断片リカ作製コース	各種試料の凍結断片リカ作製の作製法					
		(7)イオンミリング試料作製コース	イオンミリング法による超薄試料作製法					
		(8)生物試料撮影写真処理コース	生物試料の写真撮影法と写真処理					
		(9)非生物試料撮影写真処理コース	非生物試料の写真撮影法と写真処理					
	SEM	基本コース	(1)6000シリーズSEM標準コース	6000シリーズSEM基本操作	20~22	12~14	17~19	13~15
			(2)SEM標準コース	SEM基本操作				
			(3)FE-SEM標準コース	FE-SEM基本操作	10/31~2	6~8	10~12	7~9
(4)LV-SEM標準コース			LV-SEM基本操作		15		16	
(5)CP試料作製コース			CP試料作成法と実習	14~15	19~20	23~24	20~21	
(6)EDS分析標準コース			JED-2100EDS基本操作	16~17	21~22	25~26	22~23	
応用コース		(1)SEM一般試料作製コース	SEM一般試料作製技法と実習					
		(2)SEM生物試料作製コース	SEM生物試料作製技法と実習					
EPMA	基本コース	(1)定性分析標準コース	8000シリーズEPMA基本操作	14~17	5~8	16~19	6~9	
		(2)定量分析標準コース	8000シリーズ定量分析基本操作		11~12		13~14	
		(3)カラーマップ標準コース	8000シリーズ広域マップ基本操作		13~14		15~16	
	応用コース	(1)EPMA試料作製コース	EPMA試料作製技法と実習					

*全く新しい断面試料作製法で従来までのFIB法、機械研磨法よりも精度の高い断面が簡単に得られます。

●分析機器

装置	コース名	期間	主な内容	11月	12月	1月	2月
NMR	基本コース	(1)ALシリーズ(1)・共通コース	NMR装置の基礎知識		12~13		
		(2)ALシリーズ(2)	1D/2Dの ¹ H, ¹³ Cの基本操作		14~15		
		(3)ECP/ECAシリーズ	1D/2Dの ¹ H, ¹³ Cの基本操作	7~10		23~26	13~16
		(4)差NOE & NOESY	NOE測定 知識の整理と確認	30			
	応用コース	(5)緩和時間測定	緩和時間測定と注意点				
		(6)多核NMR測定	測定とデータのまとめ				
		(7)固体NMR (Delta)	固体NMR測定基本操作				
		(8)DOSY (Delta)	DOSY測定と注意点				28
MS	基本コース	(1)MStation基礎コース	MSの基礎解説と低分解能測定				21~23
		(2)ダイオキシン基本コース	MSの基礎的な測定とSIM測定	8~10			
		(3)新DIOK処理	DIOK(V2)の使用法				
	応用コース	(4)Automassコース	MSの基礎解説と定性・定量測定		14~15		
		(5)Q1000GC(K9)コース	MSの基礎解説と定性・定量測定	16~17		18~19	
		(6)精密質量測定	EI/FABの精密質量測定				2
		(7)Q1000GC(K9)CIコース	化学イオン化法による測定				
		(8)Q1000GC(K9)水分析(P&T)	P&T法によるVOC分析				
		(9)Q1000GC(K9)水分析(H.S.)	H.S.法によるVOC分析				
ESR	JES-FAシリーズ	2日	基本操作と応用測定				
エレメントアナライザ	JSX-3000/3202EV	1日	蛍光X線分析装置基本操作	2	22		

「ALシリーズ(1)・共通コース」は、ALシリーズとECAシリーズNMR装置を中心にした共通コースです。
 「ECA/ECXシリーズ」はECPシリーズを含むDelta操作講習です。
 「固体NMR」と「DOSY」は、ECA/ECXシリーズ対象です。

蛍光エックス線分析の定期講習開催のお知らせ

内容：エレメントアナライザの基本操作技術を修得することを目的とします。

RoHS関連物質の分析講習会です。蛍光X線分析法の原理、データ解析、よりよい分析技術についてやさしく解説いたします。

日程：11月2日(木)、12月22日(金)、2007年3月2日(金)

受講料：30,000円(税別)

対象：RoHS 対応ソフトウェア PlasticD2 および metalcalib をご利用のお客様
 (以前のバージョンをご利用のお客様は個別にご相談願います)

ダイオキシン分析のお客様へ

内容：MStation基礎講習に参加してみませんか。質量分析法の概要の理解と、JSM-700(MStation)の基本操作を修得することを目的とします。

日程：2007年2月21日～23日の3日間

受講料：90,000円(税別)

講習会のお申し込みは日本電子データム(株)

ホームページにての受付をご利用下さい。

ホームページ <http://www.datum.jeol.co.jp>

電子光学機器・分析機器講習会のお問い合わせは

日本電子データム(株) 講習受付 荻野まで

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



このパンフレットは、古紙100%再生紙(白色度70%)を使用しています。



このパンフレットは、大豆油インキを使用しています。

JEOL ANALYTICAL NEWS

2006年10月発行 No.069

編集発行/日本電子データム(株)

ご意見・ご質問・お問い合わせ

日本電子(株) 営業統括本部 営業企画室

e-mail: sales@jeol.co.jp FAX: 042-528-3385

日本電子株式会社

本社・昭島製作所 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 <http://www.jeol.co.jp>

営業統括本部：〒190-0012 東京都立川市曙町2-8-3 新鈴春ビル3F ☎(042)528-3381 FAX(042)528-3385

支店：東京(042)528-3261・札幌(011)726-9680・仙台(022)222-3324・筑波(029)856-3220・横浜(045)474-2181

名古屋(052)581-1406・大阪(06)6304-3941・関西応用研究センター(06)6305-0121・広島(082)221-2500

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 <http://www.datum.jeol.co.jp>

☎(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(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

No. 0201J679D (Kp)