

平成 20 年度 分析・物質技術系活動報告

駒井愼一

工学研究科・工学部技術部 分析・物質系

分析・物質技術系は分析技術班、物質技術班、物質調整技術班の三班で構成されている。本技術系の業務は、各専攻（学科）工学研究科および全学共通施設として配置されている各種の科学分析機器の性能維持、操作、分析・観察とその周辺の技術業務を行っている。

技術職員が担当している主な機器として、核磁気共鳴装置、透過型および走査型電子顕微鏡、超強力 X 線回折装置、単結晶 X 線回折装置、汎用型 X 線回折装置、粒度分布測定装置、電子プローブマイクロアナライザー、元素分析装置、レーザーラマン分光光度計等がある。これら分析機器の技術業務の他に学生実験支援やガラス細工講座講習、真空系装置の製作、講座支援等の業務も行っている。

本技術系では、4 月に機器分析室へ 1 名の技術職員が新規配属され、8 月には超高圧電顕施設に 1 名の技術職員が補充された。今後、約 5 年間では団塊の世代の定年退職等により分析・物質技術系では半数以上の技術職員が職場を去るが、これに伴い分析機器等の測定技術の継承が重要な問題となってくる。

そこで、本年度は、工学研究科・工学部技術部研修の技術系研修では、技術の継承を課題として取り上げ、各種分析機器のトレーニングを行った。

本年度に行ったトレーニングを行った分析機器は、以下の通りである。

- ①走査型電子顕微鏡(SEM)
- ②水素炎イオン化検出器(FID)
- ③誘導結合型プラズマ発光分析装置(ICP)
- ④熱重量測定装置(TG)
- ⑤示差熱分析装置(DTA)
- ⑥元素分析測定装置
- ⑦蛍光 X 線分析装置

トレーニングは、各分析機器を担当している技術職員が操作法等を指導する。

①走査型電子顕微鏡(SEM)

基本的な操作について研修した。

特に高倍率で観察や撮影を行う時のフォーカスとステグマの調整について、時間をかけてトレーニングした。

観察試料は、身近なものとして髪の毛や TiO₂ 触媒等を観察した。

これらの試料について EDS による組成分析も合わせて行った。

②水素炎イオン化検出器(FID)

分析系では広範に使用されているが、本技術系において使用経験のない技術職員を対象に FID による高分子化合物の分離を確認した。

③誘導結合型プラズマ発光分析装置(ICP)

未知試料の定性分析を行った後、未知試料内の Fe の定量分析を検量線法で行った結果、

妥当な値が得られた。

ICP は、標準溶液を作成するための分取器や容器の洗浄状況等や分取技術により測定精度への影響が
であるため、経験(熟練)が必要である。

④熱重量測定装置(TG)、⑤示差熱分析装置(DTA)については、装置の概略について研修した。

⑥元素分析測定装置

元素分析では秤量を迅速かつ正確に行い、不純物の混入を防ぐことが最も重要な事項である。特に以
下の作業は正確な測定結果を得るためには、十分な注意が必要である。試料の秤量においては有機物
(手の油等)やほこりがつかないようにピンセットなどを使って試料を量り取る。また、試料によっ
ては、密度や吸湿するものなど条件が異なるためこの点にも注意が必要のため、試料が入った錫箔を折
りたたみ、空気中にある窒素を含まないように空気を抜きながら折りたたみ、最終的には約2mm四方の
キュービック状にする。

⑦蛍光 X 線分析装置

AIST 岩石標準試料 (JB-2) の定性分析を行った。

前処理として、一次 X 線が均一に照射できるように、岩石標準試料を四ホウ酸ナトリウムで融解し
冷却して、ガラスビードを作成した。岩石の組成を観察した。

上記の研修は次年度も継続しておこない、担当機器以外の分析機器の操作を研修し、様々な分析
機器による分析測定に対応できる技術職員を目指す。