

平成 28 年度スキルアップ経費報告

—FP 法講習会への参加—

化学・材料系技術班 岡野 聡

1. 背景・目的

筆者は、H27年に設立された「先端材料技術・教育・分析センター」と呼ばれる、全学開放を目指した共通分析機器群の維持・管理を行っている。センターの特質上、他学部・他学科から多種多様な形態・成分の測定依頼があるため、それぞれに対して最適な分析方法を見極め、正確な測定結果を出すことが求められている。

センターには蛍光 X 線分析装置（以後、XRF と表記する）が設置されている。この装置は、試料に X 線を照射しそこから発生する蛍光 X 線を検出することで、試料を構成する元素がそれぞれ何%含まれているかを測定する装置であり、土壌や岩石、鉱石などの組成分析に用いられることが多い。測定自体は非常に容易であるが、含有元素の相互作用や表面形状の影響を考慮し、得られた結果の信頼性、誤差範囲、再現性を正しく把握するには、正しい解析知識と分析スキルが必要となる。今回、工学部等技術部のスキルアップ経費により、XRF の製造元である（株）リガクが開催した FP 法による定量分析の講習・実習会に参加させていただいたので報告する。

2. 講習会の内容

講習会は H29 年 1 月 18 日～20 日の 3 日間、大阪の（株）リガク大阪支社にて開催された。講習会の内容及びスケジュールを表 1 に、講習会の写真を図 1 及び図 2 に示す。初日は座学による理論の講義、2, 3 日目は実機を用いての実習であった。参加者は合計 5 名で、いずれも組成分析をメインの業務とされているメーカーの方々であった。

通常組成分析を行う際には、試料に X 線を照射し、そこから発生する蛍光 X 線の強度を検出する。そこで得られた X 線強度から含有元素を推測するのだが、試料の表面状態や共存元素の影響からどうしても測定誤差が大きくなるという問題がある。そこで通常定量分析を行う際には、標準試料と呼ばれる組成が既知の試料を数点用意し、共存元素の影響や表面状態を加味した上での検量線を作成し、その検量線を元に定量分析を行う。例えば「Cu が 50%含有しているなら、X 線強度は A だけ検出する」という情報をあらかじめ測定しておく。実際の得られた X 線強度が A であれば、試料に含まれる Cu の含有量は 50%であると判断するわけである。この標準試料の含有量と X 線強度の関係を、通常ならば 5-6 パターンほど把握しておく必要がある。しかしながら標準試料 1 つあたりの価格は 1~2 万円と高額であり、さらに岩石や鉱石のような天然物の場合標準試料が存在しないこともあるため、標準試料を購入することに消極的な研究者は多い。そこで考案

表 1 講習会スケジュール

	午前 (9:00-12:00)	午後 (13:00-17:00)
1 日目	FP 法の考え方	理論強度計算 オフライン FP 定量分析
2 日目	オフライン定量分析 オンライン定量分析	フリー定量 オーダー分析
3 日目	理論マトリックス補正	まとめ

された方法がFP法である。FP法とはFundamental Parameter（物理定数）法の略称であり、検出強度を理論的に算出する手法のことを総称して指す。FP法を用いることで、標準試料は1点のみ、場合によっては標準試料が無くともコンマ数%のオーダーで定量分析が可能であり、コストの低下や圧倒的な手間の削減が可能である。その理論計算は極めて複雑であるが、今回それを手計算で算出する機会があり、理論の仕組みを知る大変良い機会となった。また、FP法による理論値はプログラムを組んでしまえばPC上で容易に算出されるが、理論値は試料が理想状態であることを前提に計算を行っているため、FP法を用いる場合には実際の試料を理想通りの状態に近づける必要がある。具体的には、試料の表面には鏡面研磨を施し、含有元素は原子レベルで分散させることが望ましい。実際には、乳鉢による粉碎を施した後にペレット成型、あるいはガラスビード法がよく用いられる。今回は、FP法の原理や計算手法、また実際の試料を理論通りの状態に近づけるという作業の重要性を知る、大変良い機会となった。

2,3日目の実機を用いての測定では、元素ごとのX線吸収係数の違いを利用した膜厚測定や、標準試料1点、あるいは数点を用いた定量分析結果の違い、ポリマー中の金属の含有量測定など、様々な実際の試料の測定を、最新機種を使って解析することができた。現在我々が所有しているRIX-2100は購入から20年近く経過しているが、今回最新機種を実際に触らせていただくことでその利便性や解析速度の速さに驚かされた。また、冷却水フリーや卓上コンパクトタイプもあり、機能が大幅に向上しているにも関わらず価格はそこまで高くないことにも驚かされた。また、講習会終了後には講師の方をお願いをし、2時間ほど個別の相談にも乗っていただいた。

3. まとめ

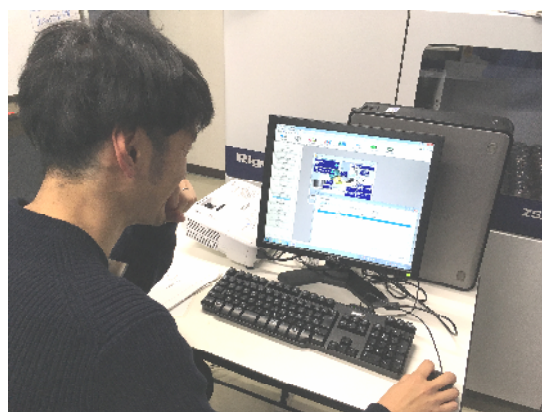
本講習会を受講したことで、FP法の原理や必要性、最適な定量測定の試料調整方法、分析結果の解釈法を学ぶことができた。本学は研究機関であり教育機関でもあるため、学生の「原理は分からないが、マニュアル通りに測定すると装置が自動で測ってくれた」という状況は好ましくない。よって学生への教育的指導は極めて重要であると考えている。今回得られた知識は、講習会后すぐに学生ユーザーたちにフィードバックし、卒・修論や学会発表のデータに利用してもらった。また筆者自身も、他の参加者との交流の中で自分の知識や経験がまだまだ浅いことに気づかされるが多々あり、大変良い刺激を受けた3日間であった。

技術職員は技術に特化した職員ではあるものの、近年の国立大学の現状から、技術的な事以外の業務も年々増加しているように感じている。それでも、技術に関しては教員と学生の間を繋ぐ重要なポジションであることに変わりはない。そのため日々経験を積み、今回のような講習会にも積極的に参加し、自身のスキルを上げていくことが非常に重要であると考えている。

謝辞：本スキルアップ実施に当たり、ご配慮・ご協力いただきました関係各位に深く御礼申し上げます。



図－1 座学講習会場



図－2 実機を用いた講習会風景