

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析装置をこの一回で完全マスター！～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～

日時：2019 年 1 月 24 日（木）、1 月 25 日（金）

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

大変満足 / 満足 / 普通 / やや不満 / 不満

・やや不満、不満を選ばれた方：理由をお聞かせください。

（2）研修会への参加動機を教えてください。

本校の X 線室の保守・管理等を担当しており、同室に設置されている蛍光 X 線分析装置もその対象である。蛍光 X 線分析装置は、限られた研究室・教員のみ利用に留まり、もっと広く利用してもらいたいと常々考えていた。自分はこれまで粉体・鉱物試料しか分析した経験がなく、この度の研修で液体試料の分析手法も学べることに非常に興味を持ち、是非参加して、測定対象の知識を広げたいと考えた。また、蛍光 X 線分析装置について基礎から学ぶ良い機会だと思ったため、参加させていただいた。

（3）研修会で得たものを教えてください。

これまで試料面を平坦にすることばかり注意して分析を行っていたが、鉱物試料は一度粉碎を行い、試料を均一にしてからペレットにして測定すべきだということ学んだ。不均一な試料についてはそうすべきだと改めて考えてみると至極もっともなことだが、深く考えずに測定を行っていた。今後、測定依頼があった場合には、前処理を怠らず、対応したいと思った。

この度の研修会は座学だけでなく実習もあったので、測定前のちょっとしたコツを多く得ることができて、大変良い経験となった。

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

他機関の技術職員の方と情報交換ができることで、他機関にどのような装置があるのか知ることができ、本校の装置では分析が難しい試料について、他機関の技術職員の方にご相談し、分析依頼もしくは装置の借用依頼をすることにつながるのではないかと思った。

（5）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

今回のように座学と実習がセットになった研修会が開催されることを希望します。大変勉強になりました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！ ～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～@鹿児島大学

日時：平成 31 年 1 月 24 日～25 日

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

蛍光 X 線分析装置を管理・運用しているが、自身の知識・測定技術の不足により十分に活用されているとは言えず、網羅的に学ぶことができる本講習会に魅力を感じたため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

- ・ 蛍光 X 線分析装置に関する基礎的及び応用的な知識・測定技術
- ・ 蛍光 X 線分析装置の知識・測定技術をさらに習得するためのヒント
- ・ 蛍光 X 線分析装置を管理している技術職員及び講師の先生とのネットワーク構築

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

蛍光 X 線分析装置は利用者・利用時間ともに少ないのが現状のため、私自身が得た知識・分析技術を活用して事例を集め、それを広報することで、学内外の利用拡大につなげたい。

また、本講習会を通して得られたネットワークを活かして、更なる分析技術の向上に努めたい。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

※(1)～(4)と被りますが、まとめも兼ねて以下に書いておきます。

私は蛍光 X 線分析装置の管理者として約 5 年従事しており、時間のある時は自身でテーマを設けて知識・分析技術向上に努めてましたが、蛍光 X 線分析装置に詳しい方が周りにいなかったことと、他の業務で忙しくなったこともあり、マニュアル通りに測定をする程度の知識・技術レベルに留まってきました。非破壊分析ができる、FP 法を用いれば標準物質無しでも分析ができるなど、大変魅力的な機器という認識は持ってましたが、ICP 等の破壊分析に比べるとどうしても原理が分かりづらく且つ正確性が劣るため、利用者へのアピールが十分にできずにモヤモヤしてました。

そこで、本講習会を開催されることを知り、スキルアップにはとてもいい機会と思い参加させていただきました。講習会では「蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！」と掲げている通り、基礎的な理論から前処理、測定、解析技術や注意点などを幅広く教わるのができたので、元々培っていた知識の再確認と測定などの際のコツを習得することが出来ました。また何より、蛍光 X 線分析装置を通じた、講師及び技術職員とのネットワークを構築できたのが大きいです。今後悩みがあった際には気軽に相談ができると思ってます。

大変中身の濃い 2 日間であったため、全てをこの日で習得できたわけではありませんが、持ち帰り復習・分析をすることで、さらに知識・分析技術の向上に努め、それを学内外の利用者へ反映させることにより、蛍光 X 線分析装置の利用者を増やしたいと思います。

このような機会を設けていただいた関係者の皆さまに、深く感謝いたします。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！ ～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～

日時：平成 31 年 1 月 24 日から 25 日

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

満足

（2）研修会への参加動機を教えてください。

再雇用退職される方からの ED-XRF 装置の引継が決まり（将来的には学内共用装置の WD-XRF も担当する予定もあり）ちょうど勉強し始めたところで、粉末サンプルのみ測定したことがありました。原理だけでなく実習でいろいろな試料調整を学べるということで丁度良いタイミングでしたので参加しました。

（3）研修会で得たものを教えてください。

実際の装置をつかって、様々な形態のサンプル調整を実際に体験できたことは大変貴重です。ビードサンプラーは身近になく初見でした。学生等に講習する際に、液体ろ紙の方法や、よりよいデータを出すにはこうすれば…という提案ができるようになったと思います。

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

今まで行っていなかった分析（液体等）もできる可能性が出てきたため、さらなる機器共用が考えられます。

（5）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

実習時間が少なく、分析結果の評価が十分にできなかった点が残念です。同じ試料を使って異なる調整方法（ルースパウダー、ペレット、ガラスビードや FP 法の標準あり/なし等）で分析を行い比較しても面白かったかもしれません。

大変お世話になり感謝しております。ありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！

～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～

日時：2019 年 1 月 24～25 日

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

以前から XRF の管理、依頼分析等を担当していたが、なにかトラブルやわからないことがあったとき、すぐに聞ける職員や教員がいなかった。この機会を活用し装置や分析技術への理解・知識を深め、さらには困ったときに相談できる先生・仲間を作りたいと思ったため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

基本的な原理、構造、測定方法などについては大方理解していたつもりであったが、細かい部分で知らなかったことや気づかなかったものがあった。特に「脱出深さ」については今まで検討すらしてなかったため、今後の分析精度を向上させる上で大変価値のある情報であった。ガラスビード法については、現段階ではガラスビードを作製する環境、道具がないので今後検討することになるが、念入りの混合の重要性や剥離剤について、使用する道具の材質（竹）についてなど、様々な情報を教えていただき参考になった。またマイクロ・ウルトラキャリーを用いた液体の分析について、実物はあるものの今まで使用したことがなく不安があったが、この度正しい使用方法（滴下する分量や乾燥など）を学ぶことができ、実際の検量線も比較的うまく引けているのを確認できたので、自身でも実践してみようと思う。今回同じ分析機器を扱う技術職員と知り合いになれたことで、困ったときの相談相手や切磋琢磨しあえる仲間ができ、モチベーションアップにつながった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

粉末試料のルースパウダー法やペレット成型、ガラスビード、マイクロキャリーといった様々な測定方法を学んだので、依頼者のサンプルに合わせた適切な測定方法の選択が可能となった。多様なニーズに対応可能であることを周知させていくことにより、新たな依頼者の確保から依頼件数の増加につながり、さらには結果の信頼性を高めていくことで、継続的な依頼につながると考えられる。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

このような XRF の講習会に参加したのは初めてであり、大変勉強になり有意義な講習会であった。講師をしていただいた福岡大学 市川先生、企画者の鹿児島大学 七村様、強力な支援をしていただいた大原様をはじめとする分子研関係者の方々に深く御礼申し上げます。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：「蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！

～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～」

日時：2019 年 1 月 24 日～25 日

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

満足

（2）研修会への参加動機を教えてください。

漠然と装置を使用しているだけであり、学内でも詳しいものがおらず、測定方法についてより学ぶ事で、より活用の幅が広がると思ったから。

（3）研修会で得たものを教えてください。

測定の際に気をつけなければいけない点を多く学んだ。深さ方向の重要性、前処理方法の重要性、測定結果の解釈のしかたなどエキスパートにされている先生からの話や実際に手を動かしながらなど、簡単には経験できない事が得られた。

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

測定の幅が大きく広がるので、その情報を多くの人に共有することで、適用可能な先生方からの依頼や、測定依頼をされた際に対応可能であると判断することができ、利用の促進につながる。

（5）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

このような、実践型であり、またエキスパートの方からのわかりやすい説明があるとすごく吸収しやすく、為になったと実感しやすくていいかと思いました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター！

～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～

日時：2019.1.24(木) 13:00～17:00

2019.1.25(金) 9:20～15:00

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足 / 満足 / 普通 / やや不満 / 不満

・ やや不満、不満を選ばれた方： 理由をお聞かせください。

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

蛍光 X 線分析装置の管理をしているが、操作方法やメンテナンス、分析について、前任者から簡易的な内容しか教えてもらえなかった。今回は、設備ネットワークを通して、初歩的な装置の原理から、試料の処理方法、分析まで座学、実習を交えて教わることができるため、今回の研修会に参加するに至った。また、全国の同装置を管理している技術職員との交流を兼ねて、今後の蛍光 X 線分析装置の管理・運営について情報共有ができることも非常に有益だと感じたから。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

市川慎太郎先生から、座学・実習を通して、X 線の発生から、蛍光 X 線分析の基礎、試料調製、定性・定量分析について学ぶことができた。

特に今回の座学の中で、「脱出深さ」がキーワードとなった。脱出深さは、Lambert-Beer の法則に従っており、この法則から各元素の脱出深さを推定することができ、分析の際に、試料から発生している蛍光 X 線であるか見極める手段となる。また、試料を作成する際には、①平滑な表面、②小さな粒子径、③均質な化学組成、④一定の厚みにすることを注意しなければならない、これらの点が不十分だと、脱出深さが異なり、分析誤差に繋がるのが分かった。

試料調製には様々な種類が存在するが、特に固体試料について、粉末ペレット、ルースパウダー、ガラスビードについて、それぞれ調整時の簡便さや、実際の分析に対する精度といった特徴を詳細に学ぶことができた。

定性分析については、ピークの重なりや不純線の注意について紹介があった。定量分析については、ファンダメンタルパラメータ(FP)法、検量線法の他、重なり補正や吸収補正といった、定量分析特有の注意点を知ることができた。

実習では、試料に対する最適な調整方法について、参加者は実際に手を動かしながら、市川先生の指導を受け、溶液試料については点滴ろ紙法、粉末試料についてはルースパウダー法、粉末ペレット法、ガラスビード法を、受講者が実際に調製を行い、講師の指導を仰ぐことができた。

また、調製した試料について、蛍光 X 線分析装置で分析を行い、溶液試料については、FP 法による分析、検量線法による定量分析を行った。都合上、Mg、Ca の主要元素のみ検量線を作成し、分析を行い、受講者は成分値の確認を行った。また、ルースパウダーについては、岩石の粉末試料について、FP 法による分析を行い、Na、Mg、Al、重元素の成分値を確認することができた。これまでは、溶液資料等の分析は、手順が分からず、

依頼者からの分析を断るしかなかったが、今回の講習を通して、分析方法を知ることができたので、業務へ還元したいと思う。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

蛍光 X 線分析装置は、所試料は、固体、液体、粉末などの形態で測定することができ、短時間で正確に非破壊分析を行うことができ、試料作成も必要最小限で済むので、幅広い分析に対応できると思われる。この繋がりを作ることで、他大学で管理する機器の情報を知ることができ、機器共用の促進になると考えられる。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

今回は、座学で初歩的などころから学ぶことができた。他の装置についても、研修会をする場合は、入門向けとして、装置の原理から説明してもらおうと、理解しやすく、今後の管理業務に役立てることができると思う。また、今回は試料調製をする際に、受講者が試料を計量したり、加圧形成する等、実際に手を動かすことで、作業を経験することができた。以降の研修会でも、受講者が作業できる内容にすると良いと思われる。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：蛍光 X 線分析をこの一回で完全マスター!～蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで～

日時：2019年1月24日(木)～25(金)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足／満足／普通／やや不満／不満

大変満足致しました。有難うございました。

・やや不満、不満を選ばれた方：理由をお聞かせください。

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

これまでわからないことがあったらメーカーに電話やメール等で質問するしかなく、突っ込んだ質問をできる人が身近にはいませんでした。そのため、分析する上で「なんとなく」になっている点もいくつかありました。今回、実習も含めて詳しく教えていただけるということで勉強しなおす良い機会だと思い参加致しました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

【1/24(木)座学】

蛍光 X 線の基礎からサンプルの前処理や調製まで、座学では丁寧に教えていただきました。自分は特に粉末試料を測定することが多いので、ルースパウダーやペレット成型に関する講義・実習は大変参考になりました。特に、蛍光 X 線の脱出深さに関しては今まであまり意識していませんでした。正確な分析を行うためには脱出深さの推定とそれに合わせた測定試料の調製が重要であるとのことでしたので、今後分析業務を行っていく上で注意したいと思います。また、検量線やサンプルを希釈する際の混合の仕方などについても、先生から混合する際のコツやどのくらい混合すれば十分かといった細かい点まで丁寧なアドバイスをいただくことができました。

【1/25(金)実習】

鹿児島大学所有の傾向 X 線分析装置(波長分散型)を用いて分析実習を行いました。粉末ペレットの作成、点滴濾紙を用いた検量線の作成と液体サンプルの測定、ルースパウダーサンプルの作成、ガラスビードの作成を行いました。液体試料についてはこれまでほとんど測定の機会がなかったのですが、今回濾紙点滴法で検量線の作成とミネラルウォーターの分析実習を通して、液体試料の測定について一連の流れを学ぶことができました。また、本学で所有している蛍光 X 線分析装置はエネルギー分散型の装置なので、今まで扱ったことのない波長分散型の装置についても今回の実習を通して学ぶことができました。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

先述のように今まで粉末試料を測定することが多く、液体試料の測定はあまり行ってきませんでした。今回の実習では、濾紙を用いた点滴法による液体サンプルの検量線の作成と測定について学ぶことができました。今後、本講習会で得たことを生かし、より正確な分析を行うことはもちろんのこと、液体試

料の測定も含めた幅広いサンプルに対応することで、機器共用・外部連携等の拡大に繋げていきたいと思えます。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

初めて研修会に参加させていただきましたが、大変充実した研修会でした。先生はじめ、企画等お世話してくださった皆様にも感謝申し上げます。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：蛍光 X 線分析装置講習会

日時：2019 年 1 月 24 日（木）13 時~18 時、1 月 25 日（金）9 時~15 時 （2 日間）

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

大変満足／満足／普通／やや不満／不満

大変満足

（2）研修会への参加動機を教えてください。

職場にて蛍光 X 線装置を担当しているものの、おもにメンテナンス、トラブル対応を行っていたため、「蛍光 X 線分析をこの 1 回でマスター！~蛍光 X 線分析装置の原理と試料前処理から分析まで~という題目に惹かれ、もしかしたら、自分も分析方法などを的確にアドバイスできるようになるかもしれないと考え、参加した。

（3）研修会で得たものを教えてください。

「X 線とは」、「蛍光 X 線分析の特徴」などは装置メーカーから頂いたテキストにも記載されているが、以下のようなテキストにはあまり取り上げられていない「試料調整」、「脱出深さ」、「試料の均質化」、「粉碎装置」、「粒子径」、「前処理」というパラメーターも考えていかないと信頼性の高い分析ができないことがわかった。

また、職場にある X 線回折装置は真空下での測定でコンタミの恐れがあるため、これまで粉体は測定できないと伝えていた。それが多少の良し悪しはあるが、粉体でも「ルースパウダー」、「粉末ペレット」、「ガラスビード」の前処理することによって測定ができるということには正直驚かされた。

さらに、職場では蛍光 X 線装置分析のスペシャリストがいないため、これまでどうしても我流になってしまっていた。しかし、今回は 2 日目の実技で、「点滴ろ紙の調整」、「ルースパウダー調整」、「粉末ペレット調整」を講師の指導の下、受講者一人一人が体験できたのは今後必ず役に立つと思った。

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

最近、分析装置が多岐にわたっているため、同様な装置を扱っている職員と出会う機会がほとんどないが、機器共用・外部連携等が進むと大学・研究機関を超えたネットワークができ、一人で悩むことなく、チームで課題解決ができるのではないかと考えている。

（5）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

中味の濃い「蛍光 X 線分析装置講習会」を企画して頂き、誠にありがとうございました。この場を借り、スタッフの皆さんに感謝致します。これからも現場に合った講習会等を楽しみにしています。