

平成 30 年 12 月 3 日

ICP-AES のための測定・試料前処理技術講習会  
～ 基礎的な干渉の影響から固体試料の溶液化まで ～  
報告書

- 【主催】：自然科学研究機構 分子科学研究所（大学連携研究設備ネットワーク）  
【共催】：東北大学金属材料研究所 テクニカルセンター  
東北大学金属材料研究所 材料分析研究コア  
【開催日】：平成 30 年 11 月 19 日(月)9:00 ～ 11 月 21 日(水)17:00  
【開催場所】：東北大学金属材料研究所 3号館 8F 材料分析研究コア  
【講師】：東北大学金属材料研究所 テクニカルセンター材料分析研究コア  
技術専門員 板垣 俊子 氏  
技術専門職員 坂本 冬樹 氏  
技術職員 千葉 友幸 氏  
技術職員 島田 温彦 氏  
技術職員 椛沢 祐輔 氏  
【受講機関】：名古屋工業大学(1), 長崎大学(1), 鳥取大学(1)  
( ) 内の数字は技術系職員参加者数

【プログラム】

11 月 19 日 (月)

- 9:00～10:00 ・材料分析研究コアの紹介  
・薬品の取り扱いについて  
・研修内容打合せ  
10:00～17:00 ・鉄鋼試料の酸分解+ICP 測定  
・ガス元素分析（赤外線吸収法）

11 月 20 日 (火)

- 9:00～12:00 ・Co-Cr-Mo 合金のマイクロ波分解及び H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 分解  
・東日本大震災時の状況についての紹介  
13:00～17:00 ・イオン化干渉の評価+ICP 測定

11 月 21 日 (水)

- 9:00～10:00 ・融解法に関する説明  
10:00～15:00 ・KHSO<sub>4</sub>/Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> を用いた融解  
15:00～17:00 ・後片付け、質疑応答

※当初予定のプログラムから変更あり

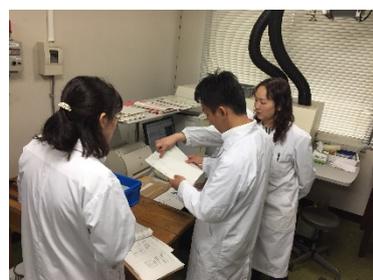
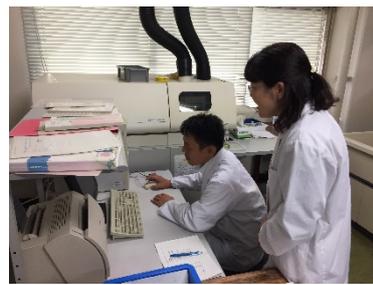
## 【報告】

1 日目は、はじめに東北大学金属材料研究所テクニカルセンター材料分析研究コアの紹介を聞いた後、薬品の取り扱い、講習会プログラムについての確認を行った。続いて、鉄鋼試料（ステンレス製ワッシャー）を題材として、鉄鋼試料の酸分解、及び検量線溶液の調製等を行った後、TJA Solutions 社製 ICP-OES を用いて実際に定量分析とデータ解析を行った。また鉄鋼試料中の炭素成分に関するガス元素分析（赤外線吸収法）の説明を聞いた。

2 日目午前は、酸に難溶の Co-Cr-Mo 合金を題材とし、マイクロ波分解装置と  $H_2SO_4$  を用いた酸分解の 2 通りの方法で分解を行い、分解の結果をそれぞれ比較した。また、東日本大震災時の状況やその後の対応についてのお話を聞き、実験室等の安全対策に関する情報を得た。午後は、塩（NaCl）濃度や有機物（乳酸）濃度を少しずつ変えた試料を複数分析し、試料中の塩や有機物がピーク強度に及ぼす影響の大きさを確認した。また原子吸光装置に関する説明を聞いた。

3 日目は、はじめに融解法についての説明や主な融解法の種類、注意点などの説明を受けた。その後、材質の異なるニッケルるつぼ、白金るつぼ、石英るつぼを用いて、それぞれ  $RuCl_3$  の  $Na_2O_2$  融解、 $(Gd,La)_2Si_2O_7$  の  $Na_2CO_3$  融解、 $Y_3Al_5O_{12}$  の  $KHSO_4$  融解を行った。

今回の講習会で、固体試料の分解方法（酸分解・融解法・マイクロ波分解）とそれについての細かい注意点やノウハウを学ぶことができた。また、実際にイオン化干渉の影響の大きさを確認できたことで、今後の分析時の適切な対応が可能となると考えられる。さらに、他大学の ICP 担当者とのネットワークを形成できたことで、今後、ICP 分析に関する相談や情報共有ができ、技術向上のモチベーションアップにもつながると考えられる。



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：ICP-AES のための測定・試料前処理技術講習会

日時：2018 年 11 月 19 日～21 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。

ICP-AES 担当になってから、書籍等で前処理技術を学習してきたが、実際に行ってみるとうまくいかないことも多い。また依頼者から試料の前処理に関する問合せにも答えを苦慮することも多い。

前処理に関する講習会はあまりないため、今回はよい機会だと思い、参加した。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

さまざまな前処理方法を実際に行ってみて、その際のちょっとしたコツなどを教えていただけた。

また、使用している器具や依頼の受付方法など運用に関することの質問にも答えていただけた。

こちら疑問に思っていた試料の前処理方法、測定結果の補正方法も具体的に教えていただけた。教えていただいたことすべてがこれからの依頼測定業務にいかせるものであった。

(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。

研修会に参加することで、各機関の担当者と知りあいになれた。人的ネットワークは重要で、

本学装置では難しい測定でも他機関に問合せすることができる。

(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。

今回の研修に参加できて本当によかったです。日ごろ 1 人で装置を担当しているため、疑問に思うことを聞くこともできず悩むことが多く、解決しないまま日々の依頼測定にこなしていくことに不安を感じていた。企業ではなく他大学へ赴き現場を見せていただくことで器具や装置を見たり、運用方法を教えていただいたりと測定室環境の改善にもつながるヒントを得られた。対応していただいた方々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：東北大学 ICP 講習会

日時：11月19～21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。

身近に ICP について相談できる技術職員がおらず (メールで東北大学金研の坂本さんに相談はしていた)、いつも手探りで業務を行っており、自分がやっている方法が正しいかどうかもわからない状態であった。今回、ICP に精通しておられる東北大学金研の坂本さんを講師に、イオン化干渉の影響や固体試料の分解方法 (酸分解・融解) を習得したいと思い、参加した。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

塩酸・硝酸を用いて加熱しながら固体試料を分解する方法は大学に帰ってからでも可能な分解方法だったので大変勉強になった。融解法は、白金るつぼや石英るつぼなどかなり高額な器具もあるが、ニッケルるつぼなどは比較的安価であることから、大学に帰ってから購入を検討し実際に再現実験を行う予定である。また塩濃度の大きさで、イオン化干渉による測定対象元素のピーク強度が大きく変動することから、マトリクスマッチングの重要性を再認識した。

(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ください。

いままでやったことのない固体試料の分解方だが、練習・経験を積み、固体試料も対応可能ということを知ることによって、学内だけでなく学外 (他大学・教育機関など) からの ICP の測定依頼が見込まれる。またイオン化干渉をはじめとして様々な干渉を加味し、適切な対応 (前処理、補正など) を取ることでデータの信頼性を上げる一助となり得る。

(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。

この度は大変お世話になりました。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：ICP-AES のための測定・試料前処理技術講習会

日時：11月19日～21日 各日: 9:00-17:00

(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

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

学内でICPの需要は一定数あるが、ICPを主に行っている人が一人しかおらず、また、その人も環境分析(廃液関連)の為、研究目的での前処理などを行えるものがいなかった事が最大の理由です。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

前処理方法として、実際に手を動かし、状態を観察してできたので、実際に自分で行う際に非常に役に立ってる事。また、測定に際しても、イオン化干渉など測定対象外の物質等が入っていた場合での対処法も実際のデータを見ながらできたので非常に良かったです。今後の測定に活かすことができます。

(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。

学内で使用頻度の少なかった装置の有効利用が可能になる事から、使用頻度の向上に主に繋がると考えられる。

外からの依頼でも、対応できるようになっていると機会損失をなくすことができる。

(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。

実際の手を動かす系の研修が多くあれば、より知識・技術の向上には非常に良いと考えられる。今後ともどうぞよろしくお願いいたします。