



大学間技術職員交流研修会 第10回化学系ワークショップ 参加報告

桑山麻希
門出康孝

寺田亮介
小向康夫

藤村尚子

化学系ワークショップとは



目的：

職務に関連した技術の向上

内容：

専門性の高い情報交換や討論、実習

対象：

技術職員（主に化学系）



日時：

平成29年3月15日（水） 13:00～17:00

会場：

神奈川大学 横浜キャンパス

主催：

神奈川大学 教務技術支援課

内容：

- ・ 神奈川大学工学研究所に設置されている装置の紹介
- ・ エネルギー分散型X線分析装置付走査型電子顕微鏡やX線回折装置、X線光電子分光分析装置を用いた機器分析



目的：

広範囲な学際領域での研究や調査

活動：

- ・ 共同研究
- ・ 県や市からの委託による公開講座
- ・ 産官学交流



- エネルギー分散型X線分析装置付走査型電子顕微鏡
(SEM-EDX) : SU-8010 (日立)
 - X線回折装置
(XRD) : RINT-Ultima III (リガク)
 - X線光電子分光分析装置分析装置
(XPS) : JPM-9010MC (日本電子データム)
-
- 透過型電子顕微鏡 : JEM-2010 (日本電子データム)
 - 電子描画装置 : ELS-3000 (エリオニクス)
 - 単結晶X線構造解析装置 : Saturn70 (リガク)
 - ICP質量分析装置 : 7700x (アジレント)
 - 非接触表面形状測定機 : NewView7300 (Zygo)

今回の実習で使用



○SEM

電子線を試料に当てて表面を観察する装置

○EDX

- ・電子顕微鏡と組み合わせるX線分析装置
- ・試料を構成する元素を分析可能



出典 : <http://www.rie.kanagawa-u.ac.jp/research/>



○SEM

断面に特徴がある試料の表面を観察する

- ・ カッターの刃
- ・ シャープペンシル

○EDX

試料の元素を分析する

- ・ 金線やコバルトガラスなどの表面
- ・ 未知試料（ネバダ砂漠の砂??）



- X線の回折現象を利用して結晶構造の解析を行う装置
- 化合物の同定や定量分析が可能



出典 : <http://www.rie.kanagawa-u.ac.jp/research/>



未知試料（ CaF_2 と Al_2O_3 の混合物）の混合比を求める

手順

- 既知混合比の標準試料を作製

※ 試料は乳鉢を用いて十分に粉砕する

- 試料を試料板に詰め、測定

- 標準試料のピーク強度から検量線を作成し、未知試料を定量

XPSとは



- 試料表面にX線を照射し、
表面から放出される光電子のエネルギーを測定する装置
- 試料表面を構成する元素や化学結合状態を分析可能



出典 : <http://www.rie.kanagawa-u.ac.jp/research/>



コバルトクラストの表面の化学結合状態や元素の組成を分析する

手順

- 試料は前日に準備し、チャンバーに入れて真空引き

※高真空で測定を行うため

- Wideにエネルギー波長を測定し、その結果から含まれていると思われる物質（Si、Al、Co等）を中心に測定

※結合エネルギーの表を使用

酸化コバルトの着色力は非常に強く、0.01%の含有でも青色が確認できる。
測定した試料も同程度の含有量であると考えられたため、
XPSでの確認は難しいと予測 → 予想通りにCoは確認できず



桑山

来年度より応用化学科学生実験室にXRDが設置されるため、実習ではXRDを選択した。実際に測定の準備から測定までの一通りの作業を経験でき、理解を深めることができた。今後はXRDについて質問を受けたり、機器の管理も行っていくことになるのでいい経験となった。

寺田

XRD測定において、定性分析はよく用いるが定量的な評価は初めての試みだったのでなかなか良い経験となった。ただ、測定する試料の粉碎具合や測定セルへの試料の詰め具合など、測定結果が変動するファクターが多すぎるために難しい操作であるなと感じた。

藤村

私はXRDを用いた分析のデモンストレーションを体験しました。XRDの講師役であった萩原氏自身の研究について拝聴したり、自分たちで試料を作成し測定結果に一喜一憂したりする中で、改めて機器分析の奥深さや面白さを知る機会となりました。



門出

SEMを使う機会はこれまでほとんどなかったが、ミクロな視点から普段使用するカッターの鋭利さや シャープペンシルの芯の折れにくさを観察でき、勉強になった。

EDXは数分で結果が出るので、手軽に分析することができる機器だと感じた。それと同時に、元素の含有率がある程度無いと検出できないので、他の機器と使い分けが必要だと感じた。

小向

- 光電効果を利用した元素分析の基礎について、理解が深まった。
- 他大学の技術者と、装置のメンテナンスや運用について意見交換をおこなうことができ、大変有意義であった。