

1.4 特別講演

特別講演

PIXE の分析化学的特徴と信頼性

岩田吉弘 秋田大学教育文化学部

PIXE は、1970 年代 S.A.E.Johansson らによって、その分析化学的な利用が始まって以来、対象元素の拡大、高感度化、高精度化といった技術的發展とともに、適用範囲も、生体、環境、材料等へと拡大してきた。化学種分析や元素分布の 3D 表示など、従来の「定量値」で表現されてきた PIXE の結果とは比べものにならないほどの情報量を含む分析法へと進化している。このような進化を遂げた PIXE においても、その科学的、技術的 Out Put は、元素分析の積み重ねであることにはかわりはない。今回は、このような PIXE の分析化学的な特徴を再確認し、信頼性のある定量値を求めるための考え方をノウハウを含めて紹介する。

1. PIXE の分析化学的特徴

機器による元素分析法の一種である PIXE は、原子の励起にイオン、検出に X 線を用いることで、以下の要因を有する。

- | | |
|-----------------------------|------------------------------------|
| 1) イオンの種類と加速エネルギーは、設定可能である。 | 4) イオンビームの試料中での飛程は、短い。 |
| 2) イオンビームの強度と形状は、設定可能である。 | 5) X 線の測定は、多波長同時計測できる。 |
| 3) イオンによる特性 X 線発生断面積は、大きい。 | 6) 特性 X 線の強度は、元素量に比例する。 |
| | 7) 特性 X 線のスペクトルの微細構造は、化学状態の影響を受ける。 |

3,5,6) によって高感度多元素分析が可能となり、さらに 2) が加わることで、マイクロ PIXE が可能となる。また、1-2) の要因は、同じ核的プローブを用いる中性子放射化分析(NAA)に比べて、分析対象の拡大につながっている。

3) は、分析化学的にもっとも重要な要因であるが、これはイオンと原子がと強く相互作用することを意味し、4) とも深く関連する。NMCC 等では、3 MeV 程度の陽子ビームが用いられているが、このビームの有機物中の飛程は 20 mg/cm² 程度にすぎない。深さはせいぜい数十 μm まで、数 mm のビーム径で照射した場合は、照射試料の数 mg からの情報しか得られない。厚みのある試料の場合は、PIXE は表面分析である。これはバルク分析である NAA や ICP などとは分析的な情報ソースが全く異なることを意味する。バルキーで溶液化できる試料、あるいは量のある液体試料の場合は、ICP などの選択も視野に入れたい。一方、マイクロビーム化や試料調製の適切化で、他の分析法では実現困難な、元素マッピングや微小試料分析が可能となる。また加速された陽子と物質の相互作用による熱エネルギーと電荷が、局所的に集積することも忘れてはならない。

2. 定量値の信頼性の確保

化学分析法としての PIXE においては、信頼性の確保のための一般的な要求事項、例えば汚染防止などがある。これらの要求事項は、1で記述した分析化学的要因を参照することで、より明確化、具体化されることになる。今回は、時間の許す限り要求事項への説明をおこなう。

PIXE はその分析化学的な利用が開始された当初から、「試料調製が難しい」というネガティブなイメージがつきまとっている。1によれば、数 mg の固体を照射位置に浮かべることが、理想的な試料照射であると予想できる。これは実現困難なため、バックングに貼り付けることが一般的である。バックングの選択は重要であるが、ここでは数 mg の固体試料の不均一性について紹介する。

固体の天然物試料はもともと不均一で、あらかじめ 100-200 メッシュ (0.2 mm 程度) に粉碎し分析試料とする。照射された数 mg の試料からの情報が得られる PIXE では、多数個の照射試料を準備することで、測定値の変動から分析試料の不均一性、平均値から分析試料の元素含有量の代表値としての定量値を求めることが出来る。PIXE では測定値が変動し、信頼性がないと評価されることがあるが、これは分析試料の不均一性に起因することが多い。これは、くり返し分析で信頼性が確保できる場合がある。このように信頼性の確保には、PIXE の分析化学的な特徴を理解することが重要である。