

平成15年度工学部技術部技術講習会（機器・分析グループ担当）報告

「粉末X線回折装置の取り扱い」

前田浩二
和藤 浩

実施日時	平成15年12月24日（水） 10時～16時
講習会場	工学部機械棟 生体システム工学実験室 工学部第一合同棟 物性測定室
講習受講者	中川浩希、中村昇二、中屋真澄、堀場映次、小川 覚 西村泰彦
講習内容	X線利用の用途 生体に対する放射線効果の特異性 X線発生 of 原理 線量計の紹介 結晶による回折現象 粉末法の原理 粉末X線回折装置の利用方法 （結晶粒子径、応力、合金組成等の測定例） 粉末X線回折装置の起動 粉末X線回折装置での測定 粉末X線回折装置から得られた情報の評価 JCPDSカードの利用の仕方 未知物質の同定 X線回折装置の一般的な注意事項

結晶による回折現象

結晶にX線をあてると、結晶中の各原子からの散乱X線が加え合わされる。X線が単色の場合、各原子による散乱X線が干渉し、特定の方向に強い回折X線を生ずる。

まず初めに1枚の原子網面でのX線の干渉について考える。図1のようにX線が α の角度で入射し、 β の角度で散乱する時、原子網面上xはなれた2点からのX線の行路差は、

$$x(\cos \alpha - \cos \beta)$$

となり、行路差が波長の整数倍 $n\lambda$ に等しいとき強め合う。今原子網面のすべての点からの散乱X線が同位相（最も強め合う）であるとすれば、

$$n\lambda = 0 \text{ となり、上式より } \alpha = \beta$$

が得られる。従って一枚の原子網面で、最大強度を与える干渉現象は、入射角と散乱角が等しい時である（鏡の入射、反射の条件と全く同一）。

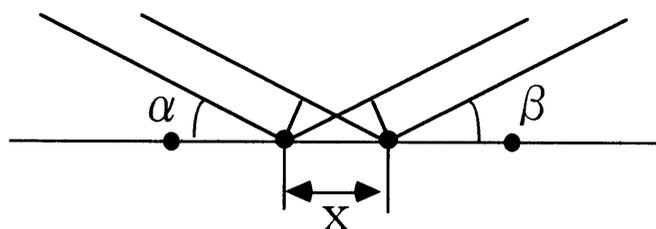


図1 結晶による散乱

次に図2のように、多数の格子面からの散乱X線の干渉を考える。第1面と第2面とのX線の干渉には、第1面と第2面との間隔による行路差だけが問題となる。第1面と第3面その他の平行な面での干渉も同じように面間隔による行路差だけが問題となる。図2より、第1面と第2面の行路差は $2d \cdot \sin \theta$ となり、波長の整数倍の時強め合う。

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda$$

これをブラッグの公式 (Bragg's formula) という。

d : 原子網面の間隔 (格子面間隔)

θ : ブラッグ角 (Bragg angle)

入射角=反射角= θ

λ : 使用したX線の波長

n : 反射次数

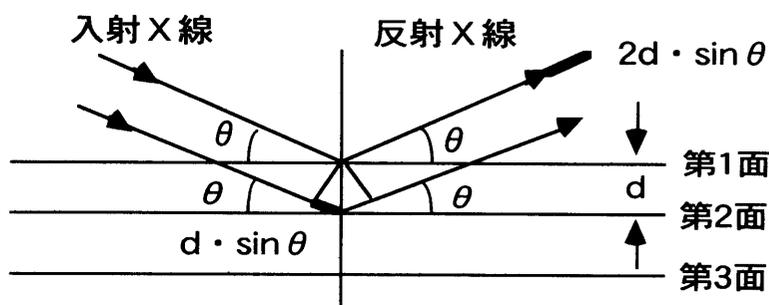


図2 ブラッグの回折条件

粉末法の原理

(1) 多結晶体

固体物質のほとんどは結晶状態で存在するが、その多くは微細な結晶粒子が緊密に集まって出来ている。これを多結晶体と呼ぶ。このような例は、金属をはじめ広い分野にわたって存在する。

(2) 粉末法 (powder method)

粉末状の結晶、あるいは多結晶体を試料として扱うX線回折を粉末法と呼ぶ。この方法は試料の組成分析(状態分析)、結晶粒子の状態、あるいは集合の様子などの研究に採用されている。

(3) 粉末法の原理

粉末試料に単色の(波長を λ とする)細いX線束(X-ray beam)をあてた場合について考えてみる。試料中のある結晶粒子で面間隔 d の格子面(hkl)が、入射X線に対してブラッグの式 $2d \cdot \sin \theta = n\lambda$ を満足する角 θ (ブラッグ角)だけ傾いていたとすると、入射X線はこの格子面によって回折される。この時回折線の方法は、図3のように格子面と角 θ 、入射X線の延長と角 2θ (回折角 diffraction angle)傾いている。

試料中の結晶粒子の数が十分多くかつ、格子面の方向がランダムになっているとすれば、どの格子面をとってみても、回折条件を満たすような角度(入射X線とのなす角 θ)をもった格子面は必ず存在する。このため、図4のように格子面(hkl)によって回折されたX線は、 $2\theta < 90^\circ$ のときは半頂角 2θ 、 $2\theta > 90^\circ$ のときは半頂角 $180^\circ - 2\theta$ であるような円錐の母線に沿って進む。同様に、別の格子面間隔をもった格子面(h'k'l')による回折線は、半頂角 $2\theta'$ の円錐の母線に沿う。つまり、粉末による回折X線は中心角が異なる多数の円錐を形成する。

計数管を走査させることによってX線強度を測定し、記録する装置がX線ディフラクトメータである。試料を中心とした円周に沿って計数管を回転させると、X線強度が計数管の角度 2θ の関数として記録される。格子面間隔 d は、測定値 2θ からブラッグの式 $2d \cdot \sin \theta = n\lambda$ を使って求められる。

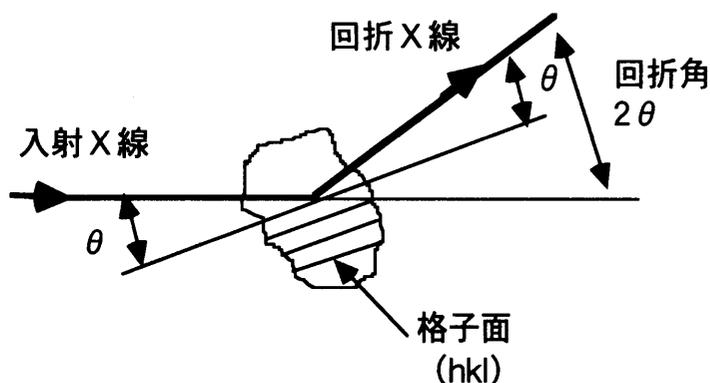


図3 1つの結晶による回折

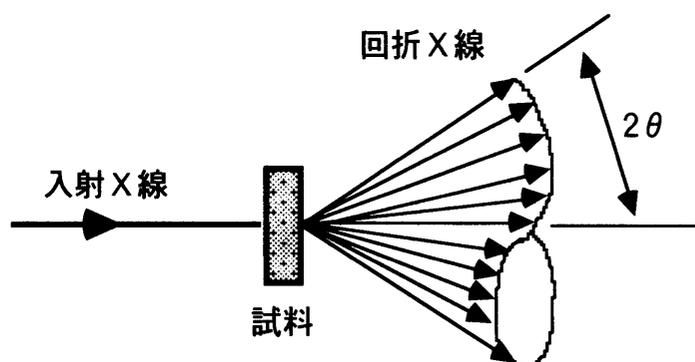


図4 粉末による回折

表 放射線関係法令

科学技術関係	原子力基本法, 放射線障害防止法, 核原料物質・核燃料物質・原子炉規制法 等
労働関係	労働安全衛生法, 電離放射線障害防止規則, 作業環境測定法, 人事院規則 等
医療関係	診療放射線技師法, 医療法, 医療法施行規則, 薬事法等
輸送関係	放射性同位元素等車両運搬規則 等
その他	計量法, 建築基準法, 消防法 等

表 エックス線利用の用途別分類

分野	名称	原理	用途
理工学	エックス線透過試験装置	透過(吸収)	透過写真の撮影, 透視, 材料欠陥の検出等
	エックス線回折装置	回折	物質の結晶構造の解明, 定性・定量分析
	エックス線応力測定装置	回折	金属の溶接・熱処理・鍛造等による残留応力測定
	蛍光エックス線分析装置	分光	元素の定性・定量分析
	エックス線マイクロアナライザー エックス線厚み計	分光 吸収, 散乱	ミクロ領域の元素分析 金属の厚さ測定
医学	診断用エックス線装置	透過(吸収)	直接撮影, 間接撮影, 透視
	治療用エックス線装置	透過(吸収)	表皮及び深部治療

線量の単位

吸収線量 (記号 D)

吸収線量とは、単位質量の物質が放射線を吸収して得たエネルギー量によって表す単位である。物質 1 kg 中に吸収したエネルギーが 1 J のとき 1 Gy と定義されている。
すなわち、1 Gy = 1 J/kg である。

線量当量 (記号 H)

線量当量は吸収線量に人体に対する放射線の種類などによる効果の違いを補正した量で、放射線防護のみに用いられる。
ここで、放射線の種類やエネルギーの違いを表すための修飾因子を線量係数 (Q) とすると、

$$H \text{ (Sv)} = D \text{ (Gy)} \cdot Q$$

で表せる。

生体に対する放射線効果の特異性

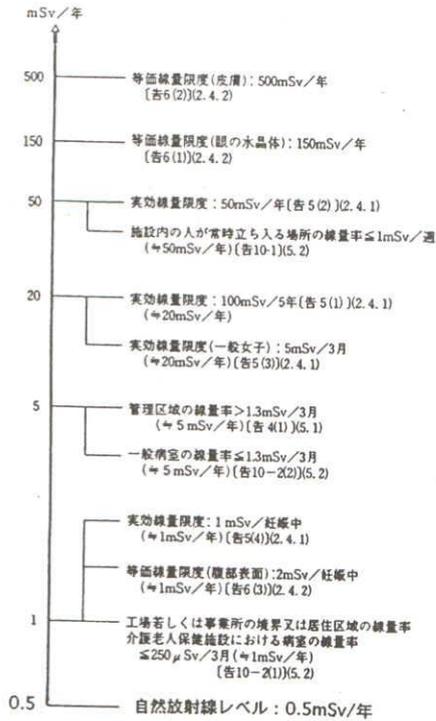
①生体が受け取った吸収エネルギーがたとえわずかであっても、生物学的な効果 (障害) は大である。
例えば吸収線量にして 10 Gy のエックス線を全身に浴びたヒトの集団は、10~20 日にはほぼ全数が死亡する。しかしこの線量を熱エネルギーに換算すると、
 $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg} = 2.39 \times 10^{-4} \text{ cal/g}$ であるので、
 $10 \text{ Gy} = 2.39 \times 10^{-3} \text{ cal/g}$
となり、人体の温度上昇は計算上約 0.002℃ にすぎない。このように、生体にとってはごくわずかの吸収エネルギーであっても、それによって引き起こされる初期効果が、やがては大きく増幅され、最終的には重大な障害を引き起こすことになるのである。この原因は、放射線に特有な反応が生体中に起こるためである。

②放射線は、どのような場合でも生体に対しては有害的な効果しか及ぼさない。

③放射線はヒトの五感に全く感じない。

表 ヒトの急性放射線障害

線量	症 状
0.25 Gy	臨床的症候なし
0.5 Gy	リンパ球の減少
1.5 Gy	放射線宿酔
4 Gy	1~2ヶ月以内に50%が死亡 (骨髄死)
7 Gy	ヒトの100%致死線量
15 Gy 程度	2週間以内に100%死亡 (腸死)
50 Gy 以上	1から2日で100%死亡 (中枢神経死)



人についての実効線量限度及び等価線量限度並びに場所についての線量率の規制値

被ばく線量測定用具の特徴

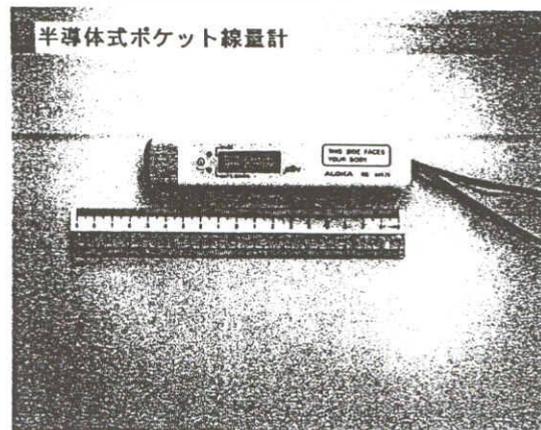
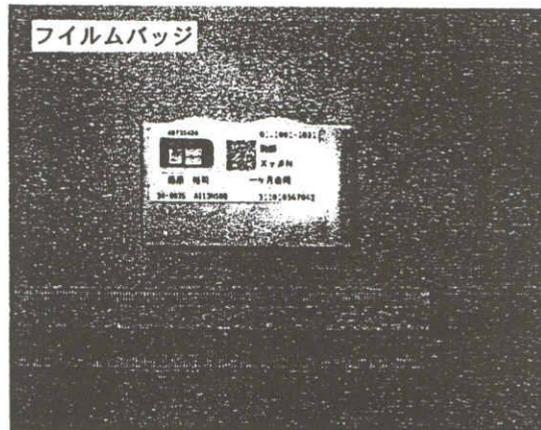
	半導体式ポケット線量計	熱ルミネセンス線量計	蛍光ガラス線量計	ポケットチェンバ	薄膜式ポケット線量計	フィルムバッジ
測定可能な下限値 (μSv)	1	1	1	10	10	100
測定可能な範囲 (μSv)	1μSv~10mSv	1μSv~100Sv	1μSv~30Sv	10~500	10~1000	100~7000
照射線量に対するエネルギー特性	中	中	中	小	小	大
線量記録の保存性	無	無	有	無	無	有
着用中の自己放射	無	不可	不可	不可	可	不可
機能的堅牢さ	中	中	中	中	小	大
温度の影響	中	中	小	大	大	大

X線による放射線障害防止のためのX線管理内規

- (目的)
- この内規は三重大学工学部におけるX線発生装置の使用を規制し、X線による放射線障害の発生を防止することを目的とする。
- (管理区域)
- 無用の場合別に定めるX線管理区域(別表1)に立ち入ってはならない。一般実験のため立ち入る場合には責任者の許可を得ることとする。
- (X線装置の使用)
- X線装置の使用にあたっては、別に定めるX線装置関係教官(別表2)の指示に従わなければならない。また、指定の記録簿に必要事項を記入しなければならない。
- (被曝線量の測定)
- X線装置使用者の被曝管理は原則としてフィルムバックで行う。フィルムバックの配布回収事務は別に定めるように担当教官を通して工学部会計係が行う(別表3)。フィルムバック着用の基準は別に定める(別表4)。
- (健康診断)
- X線取扱者は6月を越えない期間ごとに1回以上特別定期健康診断(血液検査)を受けなければならない。
- (被曝線量並びに健康診断の記録)
- 放射線取扱者手帳が制定されるまではフィルムバック測定結果及び特別定期健康診断の結果は各研究室において別に定める担当者(別表5)が記録保存する。
- (適用)
- この内規の適用は三重大又は三重大学工学部における規定制定までの暫定措置とする。この内規は昭和49年11月13日より適用される。

附則
この改正内規は、昭和51年5月12日から施行する。

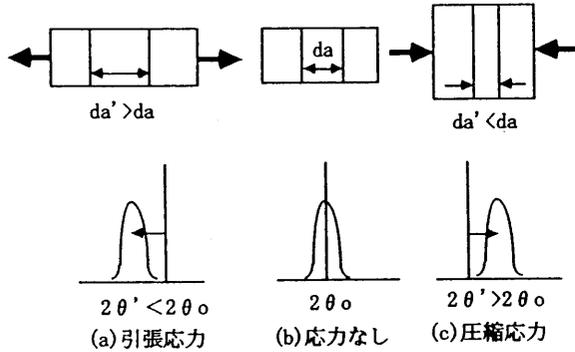
附則
この改正内規は、昭和55年4月9日から施行する。



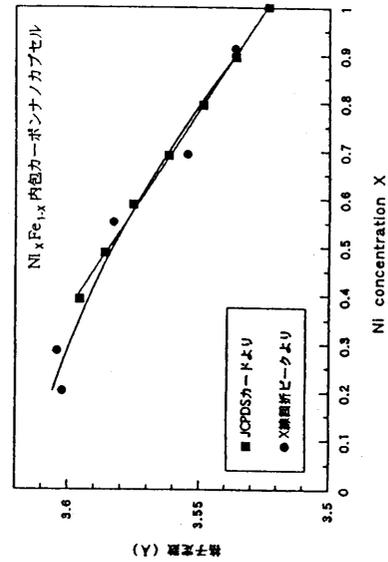
応力測定

金属材料やセラミックなどでは外力によってひずみが生じると、ひずみの大きさに比例して結晶の格子面間隔(d値)が変化する。また外力が取り除かれた後もひずみが残っている場合、残留ひずみまたは残留応力があるという。X線回折法を利用して上述したd値の変化量を測定することにより、ひずみまたは応力を算定できる。

図に応力の方向と格子面間隔および回折線のシフトする方向との関係を金属を例にとって示した。(a)のような引張応力の場合には応力方向のd値は大きくなり、回折線は低角度方向にシフトする。また、(c)の圧縮応力では(a)の逆となる。



応力と格子面間隔



合金組成に対する格子定数の変化

【エックス線回折装置の一般的な注意事項】

エックス線はいかに微線量でも人体に無害とはいえないので、その取扱いには十分注意しなければならない。特に次の事項を厳守すること。

①エックス線管からエックス線がでてくる窓に注意し、試料照射の方向のシャッターのみ開く。このシャッターは通常の縦型管球の装置ではエックス線管のまわりに4箇所あり、それぞれ赤い警報ランプがついているので点灯しているかを必ず確認する。

②装置操作時はフィルムバッジなどを着用し、被ばく線量を測っておく。

③防エックス線ケースのフェイルセーフ回路の作動を確認しておく。

④ゴニオメーターの軸合せや角度調整は、十分訓練を受けた人の指示に従う。電気系統の点検なども同様である。

⑤取扱い説明書をよく読む。

4-0787 JCPDS-ICDD Copyright 1993

Al
Aluminum

Rad: CuKα1 wl: 1.54056 Filter: Ni d-s
Cutoff: Int: Diffractometer 1/1
Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539.

Sys: Cubic Space Group: Fm3m (225) A
a: 4.0494 b: c: B: v: Z
Ref: Ibid. Dx: 2.70 Dm: SS/POM: P
mp:

Color: Light gray metallic
Pattern at 25 C. CAS RN: 7429-90-5. The material used for melting point standard sample of aluminum prepared at NB Maryland, USA. The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.00001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+
Mineral species of doubtful validity, Am. Mineral. RG.65RG. PSC: cF4.

d Å	Int	h	k	l	d Å	Int
2.338	100	1	1	1	1.9124	2
2.024	47	2	0	0	0.9289	8
1.431	22	2	2	0	0.9055	8
1.221	24	3	1	1	0.8266	8
1.169	7	2	2	2		

アルミニウムの JCPDSカード