

鉍石研磨面における二次電子放射ラジオグラフィ

小尾 五明・佐藤 岱生 (鉍床部)

1 ま え が き

筆者らは 大型鉍石研磨面に含まれる重金属鉍物の配列や分布状態を調べるために 二次電子放射ラジオグラフィという方法について 実験をおこなってきました。この実験装置は 第1図に示すように鉛板で遮蔽された箱の中心部に下からアイソトープ (γ 線照射に用いるための線源) その垂直上に感光材膜面と鉍石研磨面を密着させて 遮光紙に包んだものをセットするものです。現在工業的に用いられている透過ラジオグラフィとは原理的に異なり 感光材を通過した γ 線が研磨面にあたって二次電子や蛍光X線を発生させ それを感光材で検出する方法です。今回はこの方法で撮影した写真と その方法について簡単に紹介します。

2 ラジオグラフィはどうして得られるのか (原理)

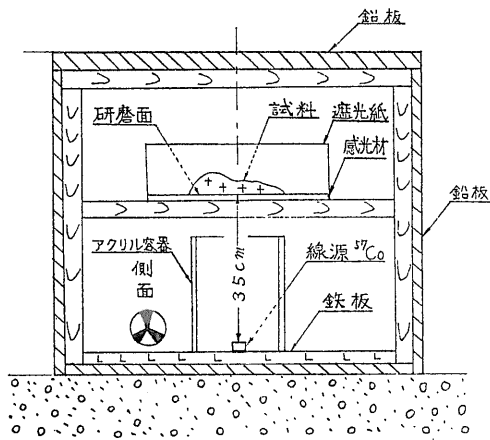
一般に製品検査などに使われている γ 線ラジオグラフィは 照射した γ 線が通過した部分の密度差を写真で検出する方法で 透過ラジオグラフィと呼ばれ その装置は照射線源-試料-感光材の順にセットされます。私たちの用いた方法は 第1図に示すような位置関係となり透過ラジオグラフィとは試料と感光材の順が逆となっています。

この方法の特徴は γ 線がまず感光材を通過してから試料研磨面にあたるといことです。 γ 線による感光材の黒化はごく少なく 試料表面から γ 線の反対方向へ

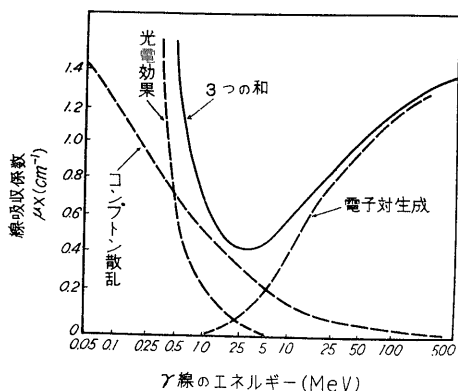
放出される二次電子や 蛍光X線によって感光材が感光されるわけです。 一般に γ 線よりも電子による感光材への作用の方が非常に大きいことが知られており 透過ラジオグラフィで用いられているフィルムを挟む増感紙はこの原理を使って電子の量を増加させたものです。また 感光材の特性にもよりますが 一般的にはエネルギーの大きな γ 線は透過が強く よりエネルギーの小さなX線の方が 感光材内でエネルギーを消費させてしまうために より強い感光作用があります。このようにして 照射された γ 線によっては感光されなかった感光材も 照射 γ 線が試料にあたった後で 二次的にとび出した電子や蛍光X線によって感光されます。このとき二次的にとび出す電子の量などは 元素によって異なるために 試料面にある元素の分布に対応した模様が フィルム上に得られるわけです。

物質に γ 線があたって二次電子を放出する現象には光電効果 コンプトン散乱 電子対生成といわれる3つの過程があります。 第2図は 照射 γ 線エネルギーと鉛の線吸収係数の関係を示す図で 線吸収係数が増加するという事は とりもおおざらず γ 線を吸収した物質から放出される二次電子の量が増えることを意味します。この図では0.5MeV以下で光電効果 0.5~5 MeVでコンプトン散乱 5 MeV以上で電子対生成による二次電子が各々主体となって発生することを示します。この図でわかるように γ 線エネルギーが0.5MeV以下の光電効果が主要となる領域では γ 線エネルギーのわずかな減少によっても 二次電子の発生は飛躍的に増加します。第2図は鉛の例ですが 第3図は 元素によって線吸収係数が変化することを示し 0.25MeV以下では物質の原子番号が大きければ大きいほど二次電子は多く発生します。

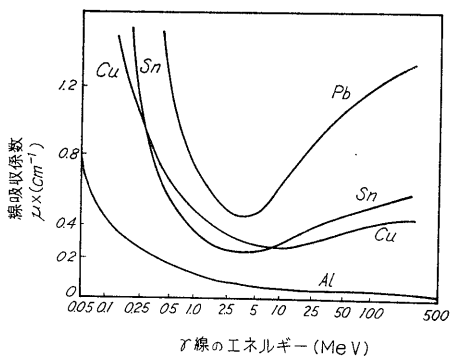
物質に γ 線をあてて光電効果によって軌道電子をたたき出した場合には その失われた電子は別の軌道の電子によって補なわれますが そのとき軌道電子間のエネルギー差に対応した蛍光X線を放射します。したがってこの方法によるラジオグラフィには 二次電子だけではなく蛍光X線も寄与しています。一般には照射 γ 線のエネルギーが低いほど 二次電子とそれに伴って出る蛍光



第1図 ラジオグラフィ装置



第2図(左)
γ線のエネルギーと鉛の線吸収係数との関係(山崎文男 1966) 実線は実際に測定される吸収係数で点線曲線の3つの和を示す



第3図(右)
γ線のエネルギーとアルミニウム スズ 銅 鉛の線吸収係数との関係(山崎文男 1966) 曲線はほぼZ²に比例することを示す

X線の量は多くなりますが エネルギーが低くなりすぎると 照射したγ線による感光が無視できなくなるので注意が必要です。

第4図は 筆者らの検討した照射γ線エネルギーと各種金属のラジオグラフ上での黒化度を示す図です。使用した線源は ⁵⁷Co ¹³⁷Cs ⁶⁰Co で そのエネルギーは 表1 のとおりです。標準金属試料は Pb(82) Au(79) W(74) W-Ag(合金) Sn(50) Ag(47) Zr(40) Zn(30) Mn(25) Ti(22) Al(13) [()内の数字は原子番号] までの11種の金属を使用しました。この試料は技術部大野正一技官が作成しました。

黒化濃度の測定には 環境地質部管理のナック社製カラーデンスitomーターシステム1200を使用させていただいた。第4図の縦軸は黒化度でバックグラウンド(なにも物質がない部分)の値を差引いて示してあります。¹³⁷Cs と ⁶⁰Co はほぼ同じ位置にプロットされ傾きも同じですが ⁵⁷Co はより急な傾きを持って原子番号Zの高いほどより黒化していることを示します。この傾きが急

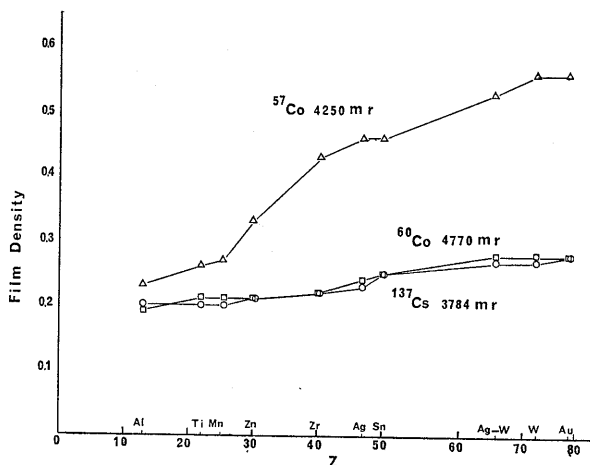
なことはコントラストがよいことを示し γ線エネルギーの低い ⁵⁷Co が ¹³⁷Cs や ⁶⁰Co にくらべて適した線源であることがわかります。

3 ラジオグラフ作製の方法

簡単にいえば手標本大の試料研磨面に感光材の膜面を密着し 遮光紙に包んだものを適当なγ線源から距離をおいた場所にセットし 適当な線量を照射した後現像するのですが 以下にその方法についてくわしく述べます。

ラジオグラフを得るための感光材は 目的に応じて照射線量を適当にえらべばどのようなものも使用可能ですが 筆者らはポラロイドフィルムと 工業用X線フィルムを用いました。試料面の仕上げは最終的には3000番で研磨します。

準備作業は暗室でおこない 試料および感光材を収納するための遮光紙(黒色のいゆるポスター用紙)を用意して 試料の大きさに相応した袋を2枚作製します。1枚では感光のおそれがあるので2重に使用するため



第4図 原子番号Zと黒化度との関係

表1 使用した線源のγ線エネルギーとその半減期

核種	γ線エネルギーと放出割合 Kev	半減期	備考
¹³⁷ Cs	662— 85%	30 y	
⁶⁰ Co	1170—100%	5.26 y	
	1330—100%		
⁵⁷ Co	14— 6%	0.74 y (270 d)	
	122— 88%		
	135— 10%		

す。ポラロイド4×5ランドフィルムを用いるときは暗室内で内蔵の現像袋をいためないようにして現像袋のついた感光フィルムを袋から静かにぬきとります。残ったランドフィルムの袋の中には照射後使用される印画紙が入っているので暗箱内にすぐしまっておきます。次に引出したフィルムの感光膜面を上にしてその上に試料を静かにのせそのまま遮光紙内に導入した後セロテープで封をしさらにひとまわり大きい遮光紙内に納めて光のもれないようにセロテープで慎重にふさぎます。工業用X線フィルムの場合は試料の大きさに応じて適当の大きさに切って使用すればよいわけでまたこのフィルムの膜面は両面使用できるようになっているのでいちいちたしかめる必要はありません。以下の操作はポラロイドフィルムの場合と同様です。遮光紙にしわをよせたりまたゴミや異物が介在すると試料研磨面と膜面が密着しない原因となるので細心の注意が必要です。膜面と試料研磨面の密着は非常に重要で多少のフィルムのタワミなども像がボケる原因となります。遮光紙に包んだ試料をのせる板は変形することのないベニヤ合板を選び表面はサンドペーパーで十分磨いたものを用います。X線フィルムの取扱いにはセイフ・ライトは専用のものが必要でキング No. 5 を用いました。

以上の準備ができたならこれを静かに水平に保ちながら放射線管理区域内の使用施設に運び第1図のように線源の真上にセットします。この作業はすみやかにおこない放射線障害防止法令にふれぬよう注意する必要があります。照射終了後は再び暗室に運び遮光紙からセロテープを剥いで膜面から試料を静かに除いて感光

材をとり出します。ポラロイドフィルムの場合は元の袋に収めてフィルムホルダー#545により現像をおこないます。工業用X線フィルムの場合は専用現像剤レンドール定着剤レンフィックスを用いて皿現像をおこないます。どちらの感光材でも規定の温度で現像をおこなうことが大切です。

感光材にはポラロイドタイプ55ネガ/ポジフィルム(ASA50)同じくタイプ57(ASA3000)工業用X線フィルム100(富士)を使用しました。ポラロイドフィルムは現像処理の簡単な点で便利で能率的です。タイプ55は二次電子に対しても解像力が比較的良好でネガフィルムがとれるので焼増や引伸しができるなどの利点を持ちタイプ57は高感度で照射時間を短縮できるが解像力が悪いこととフィルムが保存できない欠点があります。またポラロイドフィルムはサイズが11×9cmなので試料の大きさに制約があります。X線フィルムは二次電子に対して高感度の感光材であり解像力もすぐれていて大きなフィルムを使用すればかなり大きな試料(30×25cm)でもラジオグラフが得られる利点があります。

この方法では金属材料や重金属鉱物を感光材膜面と密着させるのでそのために生ずる化学作用や物理的な障害が問題となります。試料により膜面を損傷しないように試料と感光材の取扱いには細心の注意が必要です。特に夏期は湿度と温度上昇のため化学カプリーや膜面の剝離をおこしやすくなりますが防止対策として遮光紙内にシリカゲルを入れできるだけ湿気を除いたところ良い結果を得ました。

良いラジオグラフを得るための適正線量は線源感

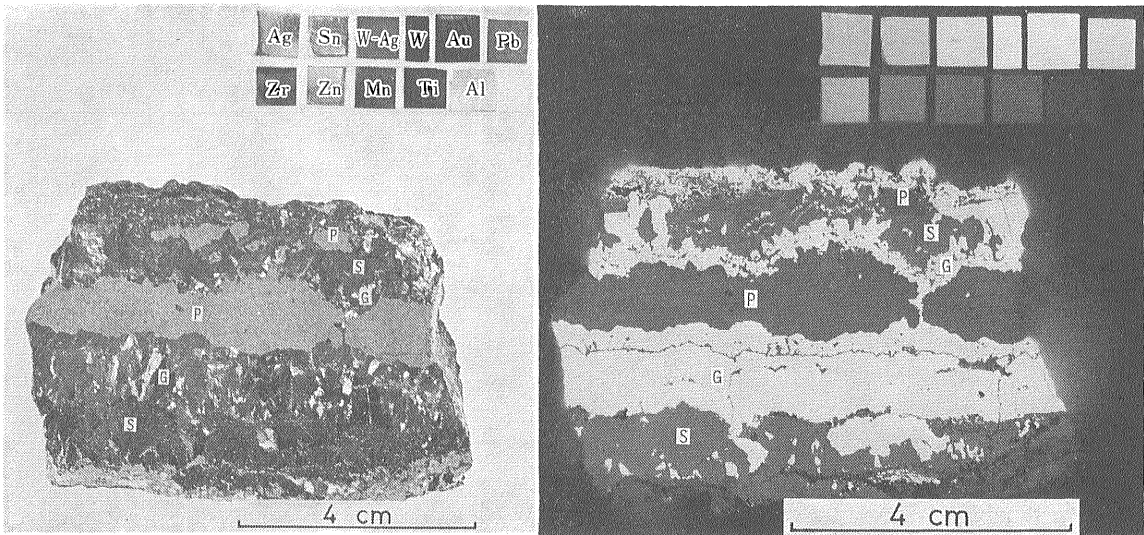


写真1 A 供試試料(実物写真:山本洋一事務官撮影)
B Aに対応するラジオグラフ

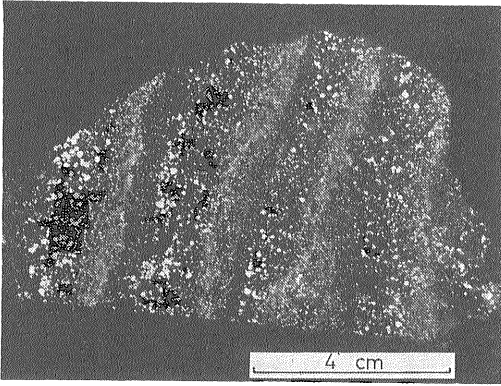


写真2 ラジオグラフ
 白色部：灰重石
 暗灰色部：磁硫鉄鉱・黄銅鉱 黒色部：脈石

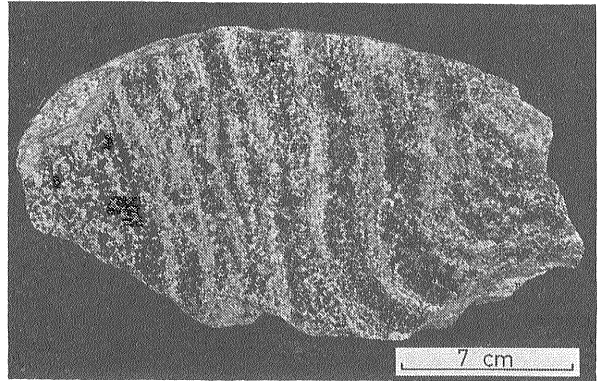


写真3 供試試料（実物写真：山本洋一事務官撮影）
 白色部：斜長石 細粒の灰重石の多い部分
 黒色部：石英 緑泥石 粗粒の灰重石の多い部分

光材 対象となる試料などによって トライアンドエラーで決定します。線源と試料研磨面の距離はできるだけ近い方が短時間の照射で大きな線量が得られますがラジオグラフの中心と端で黒化濃度の不均質ができない距離まで離す必要があります。γ線をあてると蛍光を発生する鉱物（方解石 螢石など）はこの光のために感光材が感光して あたかも高原子番号のように大きな黒化度を示すことがあるので注意が必要です。

写真1B 写真2 および表紙のラジオグラフはすべて陽画で掲載してあるので 黒化度の大きい鉱物ほど白色で表現されています。したがって黒色に近いほど黒化度の弱い鉱物となります。

4 ラジオグラフについて

写真1B は宮城県細倉鉱山産方鉛鉱 (PbS) 一閃亜鉛鉱 (ZnS) 一黄鉄鉱 (FeS₂) 鉱石のラジオグラフで 感光材にはポラロイドタイプ55ネガ/ポジフィルムを使用しました。試料の大きさは8×5.5cm 線源と試料間の距離は12cm 照射線量は6280mRです。当然のことですが 方鉛鉱の黒化度が最も大きく他の鉱物と明瞭に識別できます。共生する閃亜鉛鉱と黄鉄鉱は ラジオグラフ上では閃亜鉛鉱の黒化度が黄鉄鉱の黒化度よりやや大きく両者は識別可能です。

写真2 および本号の表紙に掲載のラジオグラフは山口県藤ヶ谷鉱山産灰重石 (CaWO₄)一黄銅鉱 (CuFeS₂)一磁硫鉄鉱 (FeS) 鉱石（試料提供は鉱床部佐藤興平技官による）のラジオグラフで 脈石として石英一斜長石一緑泥石一白雲母を含んでいます。ラジオグラフ2には1Bと同じポラロイド感光材を用いました。表紙の写真には試料が大きいために工業用X線フィルムタイプ100（富士）を使用し このラジオグラフの実物写真は写真3に示します。写真2および表紙のラジオグラ

フに用いた試料の大きさは 各々12×6cm および23.5×13.5cmで 線源と試料間の距離は12cm および23cm 照射線量は2351mR および490mRです。これらのラジオグラフでは 灰重石がすべての鉱物中最も黒化度が大きく他の鉱物と明瞭に識別されます。黄銅鉱と磁硫鉄鉱は識別が困難ですが 脈石とは区別できます。

5 まとめ

ラジオグラフはマクロスケールつまり 試料研磨面と感光材膜面を密着させることによって得られる肉眼的なレベルの技法ですが 試料面の実物写真とは異なり 原子番号の差に対応した黒化度の差で像がつくれ かなり大型の鉱石・鉱物の組織的分布状態や場合によっては粒度などを 実物と対応しながら観察することができます。また 必要に応じてラジオグラフの引伸しも可能です。表紙にあるように普通の方法では写真にとることがむずかしい灰重石の分布状態を記録し検討するには非常に良い方法です。高原子番号の元素で構成される鉱物 例えば鉛 水銀 タングステン スズ モリブデン鉱物などにはよい応用面が考えられます。

主要文献

- GERALD, J. H. (1952): Secondary Electron Emission and Effective Atomic Numbers, *Nucleonics* Vol. 10, p. 9—15
- GUMANSKY, G. A., V. N. BALASHOV & Ya. N. ZEMAN: 岸本文男訳 (1964): 高原子番号元素の鉱石物質組成と鉱物共生関係への研究のエミッション・ラジオグラフの応用 地調月報 Vol. 15 p. 745—748
- 小尾五明・佐藤啓生 (1976): 三鉱学会要旨集 p. 95
- 小尾五明・横山峯子・岸本文男 (1971): 地調月報 Vol. 22 p. 401—414
- 小尾五明・横山峯子・岸本文男 (1971): 日本アイソトープ協会 *Isotope news* No. 209 p. 14—15