

## BL15 における小角 X 線散乱システムの立ち上げと性能評価実験

○石地耕太郎<sup>1)</sup>, 隅谷和嗣<sup>1)</sup>, 原一広<sup>2)</sup>, 岡島敏浩<sup>1,2)</sup>

1) 九州シンクロトン光研究センター, 2) 九州大学大学院工学研究府

小角 X 線散乱は数 nm~数 100nm の幅広い大きさにおける構造評価が可能であり、近年では無機・金属材料だけでなく、低・高分子材料、蛋白質、毛髪などの生体分子、液晶、溶液など多岐に渡る研究が行われている。BL15 において小角 X 線散乱実験を可能とするために、昨年末にハッチ内の後方に新たに定盤を設置し、検出器架台、4 象限スリット、ビームストッパー、真空パスを組み上げ、プログラミングによる駆動軸の自動制御化を行い、利用可能にした。本システムの性能評価のため標準試料等(シリカ微粒子、ドライカラーゲン、酸化鉄ナノ粒子)の散乱パターンを観察した。本報告会ではこれらの試料の実験結果について報告する。今後、マイクロオーダー粒子の散乱パターンの観察、ナノオーダーの構造解析が可能な広角領域の観察だけでなく、ナノドット・ナノポア 3 次元微細構造の観察に有用な微小角入射 X 線散乱法、元素選択的な評価が可能な異常分散効果を用いた小角 X 線散乱法などの測定法を確立し、本システムのパフォーマンスを高めていく。



## BL15における小角X線散乱システムの 立ち上げと性能評価実験

石地耕太郎<sup>1</sup>, 隅谷和嗣<sup>1</sup>, 原一広<sup>2</sup>, 岡島敏浩<sup>1</sup>,  
九州シンクロトン光研究センター<sup>1</sup>, 九州大学大学院工学研究府<sup>2</sup>

### 小角X線散乱装置の立ち上げ

#### [小角X線散乱装置の導入と整備]

小角X線散乱では、数 nm~数100 nmの幅広い構造評価が可能。無機・金属材料、たんぱく質、毛髪などの生体分子など材料の範囲は広く、多くの研究が行われている。当センターでも、2006年末にBL15に小角X線散乱システムを導入した。機器類を整備した後、各機器(スリット、検出器架台、定盤架台など)の駆動軸の自動制御化を行った(アプリケーションソフト: LabVIEW)。

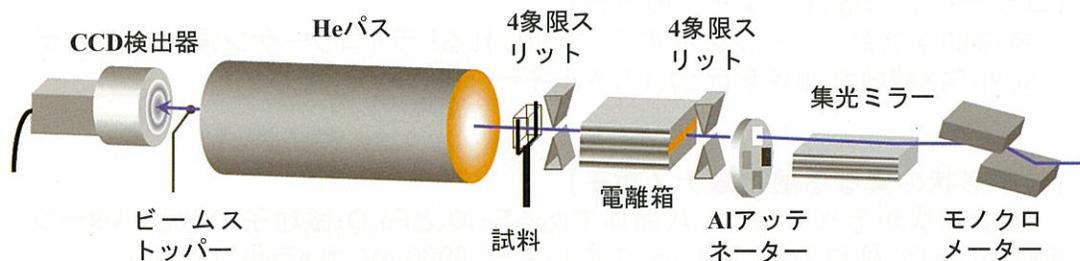


図1 小角X線散乱光学系の概略図。

構成機器（太字:今回導入した機器）		自動制御の主な内容
<input type="checkbox"/> モノクロメーター <input type="checkbox"/> 集光ミラー <input type="checkbox"/> 定盤架台 <input type="checkbox"/> 電離箱 <input type="checkbox"/> CCD検出器架台 <input type="checkbox"/> CCD検出器 <input type="checkbox"/> イメージングプ <input type="checkbox"/> レート	<input type="checkbox"/> 4象限スリット <input type="checkbox"/> Alアッテネーター回転板 <input type="checkbox"/> ダイレクトビームストッパー <input type="checkbox"/> ヘリウムパス <input type="checkbox"/> ヘリウムパス支柱 <input type="checkbox"/> モータードライバー類 <input type="checkbox"/> ドライバーコントローラー	<input type="checkbox"/> 定盤架台の高さと傾斜角度を指定できる。 <input type="checkbox"/> 4象限スリットの開口サイズを指定できる。 <input type="checkbox"/> スリット架台の垂直、水平方向の駆動とスキャン。 <input type="checkbox"/> 検出器架台の垂直、水平、回転の駆動とスキャン。 <input type="checkbox"/> 各機器の駆動軸を指定した値に動かす。

表1 構成機器類と自動制御の内容。

## 小角X線散乱装置の性能評価

小角X線散乱装置を立ち上げた後、性能評価を主目的にシリカ微粒子、コラーゲン、酸化鉄ナノ粒子を用いて以下の実験を行った。

[粒子径の異なるシリカ微粒子]  
 粒子径の異なるシリカ微粒子の散乱パターンを観察した(エネルギー: 8000 eV, カメラ長: 2.5 m)。

[コラーゲンの散乱パターンの観察]  
 特徴的な散乱パターンを示すことで知られるドライコラーゲン(鶏のコラーゲン)の小角X線散乱測定を行った(エネルギー: 8000 eV)。

[粒子形状の異なる酸化鉄ナノ粒子]  
 粒子形状がそれぞれ球、八面体である $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 微粒子の散乱パターンを観察した(公称粒子径: 200 nm, エネルギー: 8000 eV, カメラ長: 1.18 m)。

## 【 粒子径の異なるシリカ微粒子 】

粒子径の異なるシリカ微粒子の散乱パターンを観察した(エネルギー: 8000 eV, カメラ長: 2.5 m)。

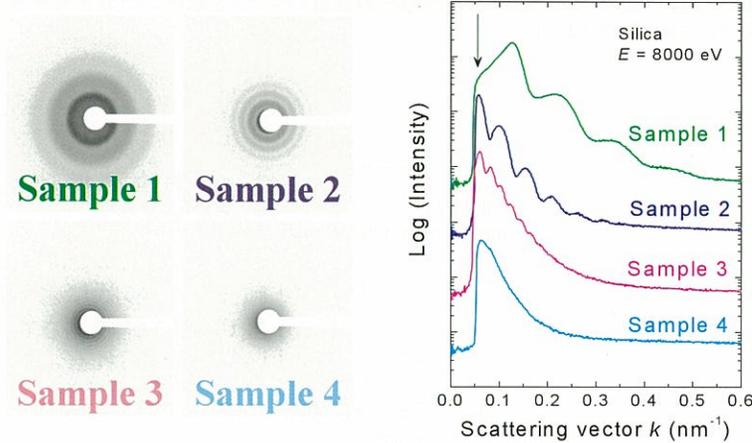


図2 粒子径の異なるシリカ微粒子の散乱パターン(左)と散乱ベクトルに対する強度分布(右)。公称粒子径は Sample1:50nm, Sample2:100nm, Sample3:300nm, Sample4:1000 nm。

右図の矢印から測定可能な小角分解能は111.6 nm。

Sample 1, Sample 2, Sample 3で周期的な振動パターンが観測された。周期の間隔より、粒子径を見積もった。

**Sample 1: 59.7 nm    Sample 2: 116.4 nm    Sample 3: 303.4 nm**

粒子径1000 nmだと、振動構造は観測されなかった。カメラ長3 m程度、エネルギー5 keV程度にすれば粒子径1000 nmの振動パターンを観察できる見込み。

## 【 コラーゲンの散乱パターンの観察 】

特徴的な散乱パターンを示すことで知られるドライコラーゲン(鶏のコラーゲン)の小角X線散乱測定を行った(エネルギー: 8000 eV)。

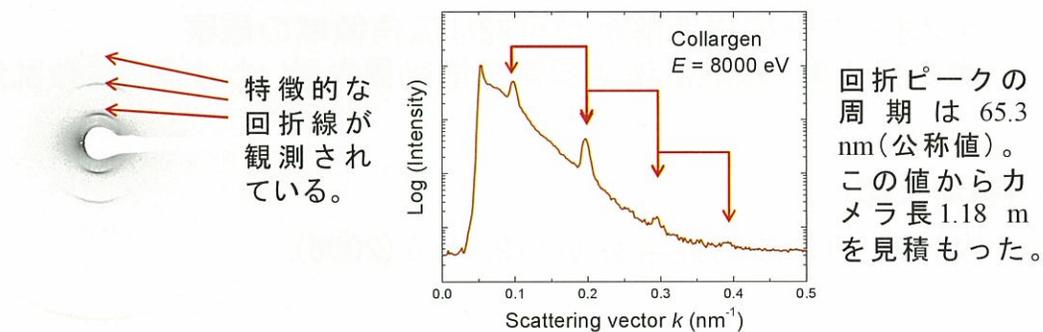


図3 コラーゲンの散乱パターン(左)、散乱ベクトルに対する強度分布(右)。

## 【 粒子形状の異なる酸化鉄ナノ粒子 】

粒子形状がそれぞれ球、八面体である $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 微粒子の散乱パターンを観察した(公称粒子径: 200 nm, エネルギー: 8000 eV, カメラ長: 1.18 m)。

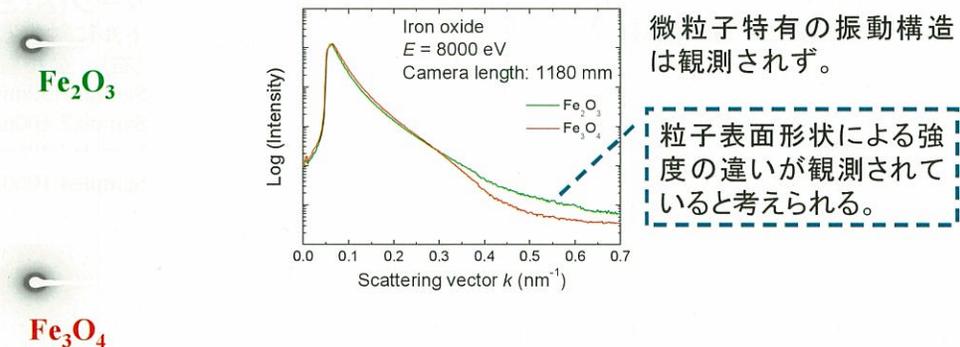


図4  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{Fe}_3\text{O}_4$ の散乱パターン(左)、散乱ベクトルに対する強度分布(右)。

### [今後]

以下を確立し、小角X線散乱システムのパフォーマンスを高める。  
マイクロオーダーの粒子の散乱パターンの観察  
ナノオーダーの構造解析が可能な広角領域の観察  
微小角入射X線散乱法や異常分散効果を用いた小角X線散乱法

### [参考文献]

放射光, 日本放射光学会 vol.19, No.6 (2006).