

## シンクロトロン放射光小角 X 線散乱測定(BL11)

菊地守也, 岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

小角 X 線散乱(SAXS)とは、試料中の電子密度差によって散乱された X 線強度の散乱角依存性から、数 nm から数百 nm の散乱体の構造を評価する手法である。得られる散乱プロファイルから、散乱体の大きさ、形状、分布、粒子の空間分布(高次構造)、さらに表面状態に関する情報を得ることができる。

ビームライン BL11 において、カメラ長を 500, 750, 1000, 1500, 2000, 2500 mm の中から選択することができ、X 線エネルギーが 8 keV において 1 ~ 200 nm 程度の構造を評価可能である。また、SAXS 測定と同時に透過率測定を行うことができ、検出器として時分割測定可能な PILATUS と大面積を測定可能な R-AXIS が整備されている。さらに、X 線が透過可能な試料において規則的な表面および内部構造を評価可能なクリティカルディメンション SAXS(CD-SAXS)測定と薄膜の表面および内部構造を評価可能な斜入射 SAXS(GI-SAXS)測定が可能である。本発表では、各種測定手法と測定例について紹介する。

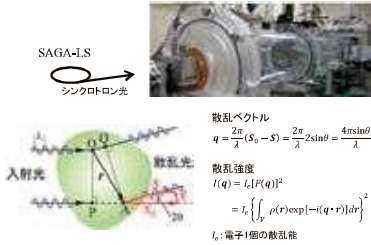
---



# シンクロtron放射光小角X線散乱測定 (BL11)

九州シンクロtron光研究センター  
○菊地 守也, 岡島 敏浩

## BL11におけるSAXS測定



小角X線散乱(SAXS)とは、試料中の電子密度差によって散乱されたX線強度の散乱角依存性から、数nmから数百nmの散乱体の構造を評価する手法である。

表1 検出器の特徴の比較

	R-Axis IV	PILATUS
ピクセルサイズ	100 μm角	172 μm角
ピクセル数	3000×3000	487×195
検出面	30 cm×30 cm	8.4 cm×3.3 cm
ダイナミックレンジ	10 <sup>6</sup> (16000)	10 <sup>8</sup>
読取速度	300 s (照射時間を含む)	3 ms
特徴	・強度線形性は16383カウントまで ・静的測定、広角測定、長時間X線照射	・ダークがない ・感度が高い ・時間分割測定、小角測定

表2 8 keVのX線エネルギーを用いた場合の測定可能なqレンジと分子サイズ

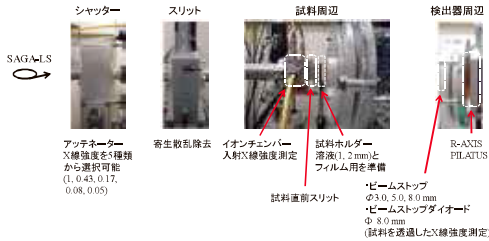
カメラ長 (mm)	q (nm <sup>-1</sup> )		~S <sup>-1/2</sup> (nm)	
	R-Axis IV	PILATUS	球状	球状以外
100	1.8 - 31	1.8 - 27	1.1	1.3
500	0.36 - 8.0	0.36 - 6.6	2.8	3.4
750	0.32 - 5.4	0.32 - 4.4	3.9	4.8
1000	0.18 - 4.0	0.18 - 3.3	5.0	6.1
1500	0.12 - 2.7	0.12 - 2.2	7.1	8.7
2000	0.04 - 2.0	0.04 - 1.7	16.6	20.3
2500	0.03 - 1.6	0.03 - 1.3	20.4	25.0

\*平均二乗回転半径

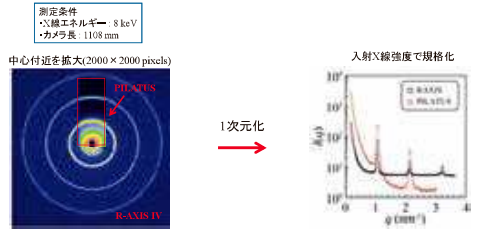
得られる散乱プロファイルから、散乱体の大きさ、形状、分布、粒子の空間分布(高次構造)、さらに表面状態に関する情報を得ることができる。

## 透過型SAXS測定

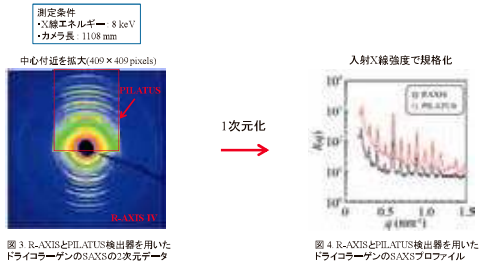
### 透過型SAXS測定装置



### ペヘン酸銀(d = 5.853 nm)の測定結果

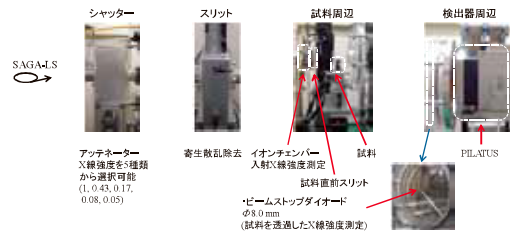


### ドライコラーゲン(d = 63.8 nm)の測定結果

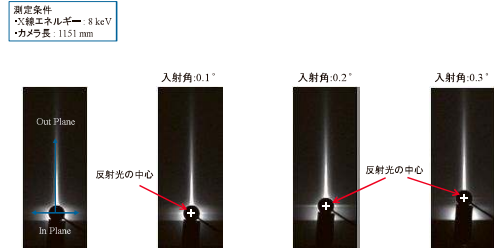


- ・PILATUS検出器はR-Axis検出器に比べて角度分解能が低いのが、検出感度が高い。
- ・PILATUS検出器はダークカウントが無いので、散乱が弱いサンプルに用いる。
- ・R-Axis検出器は散乱強度が大きい粒子間干渉因子が現れるサンプルに用いる。

## 斜入射(GI)SAXS測定



### 高分子薄膜のGISAXS測定結果



- ・入射角に応じた薄膜のIn Plane方向の情報を評価できる。
- ・入射角に応じて、真空バス内に設置されているビームストップダイオードを反射光の位置に移動することによって、反射光強度の測定とOut Plane方向の情報を評価可能である。
- ・入射角は真空バスの可動範囲の関係上最大0.45°である。

## まとめ

- ・カメラ長を100～2500 mmの中から選択することによって、8 keVのX線エネルギーにおいて1～200 nm程度の構造又は1～25 nm程度の分子サイズを評価できる。
- ・SAXS測定と同時に透過率測定を行うことができ、時分割測定可能なPILATUS検出器と大面積を測定可能なR-Axis検出器を用途に応じて選択できる。
- ・X線が透過可能な試料において、試料を回転させながら行うクリティカルディメンションSAXS(CD-SAXS)測定によって、規則的な表面および内部構造を評価できる。
- ・斜入射SAXS(GI-SAXS)測定によって、薄膜の表面および内部構造を評価できる。