

BL8S3

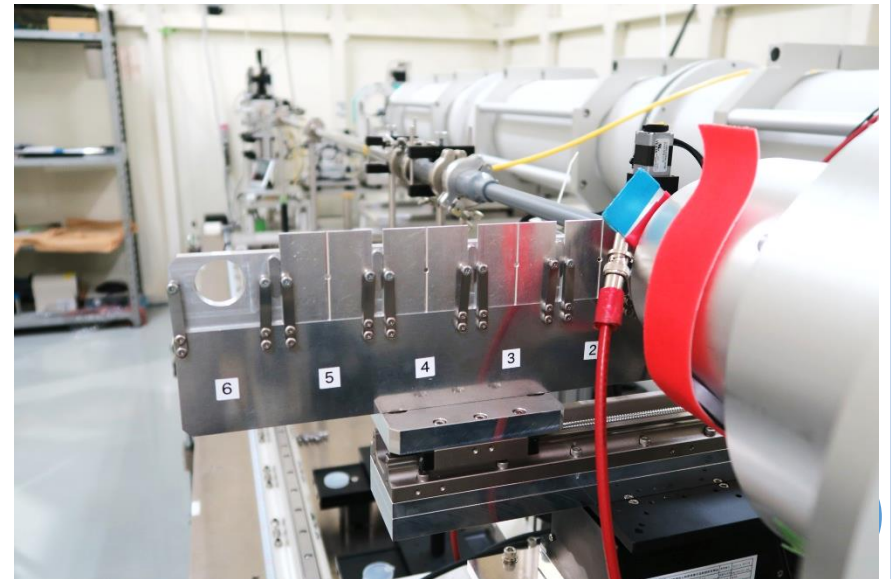
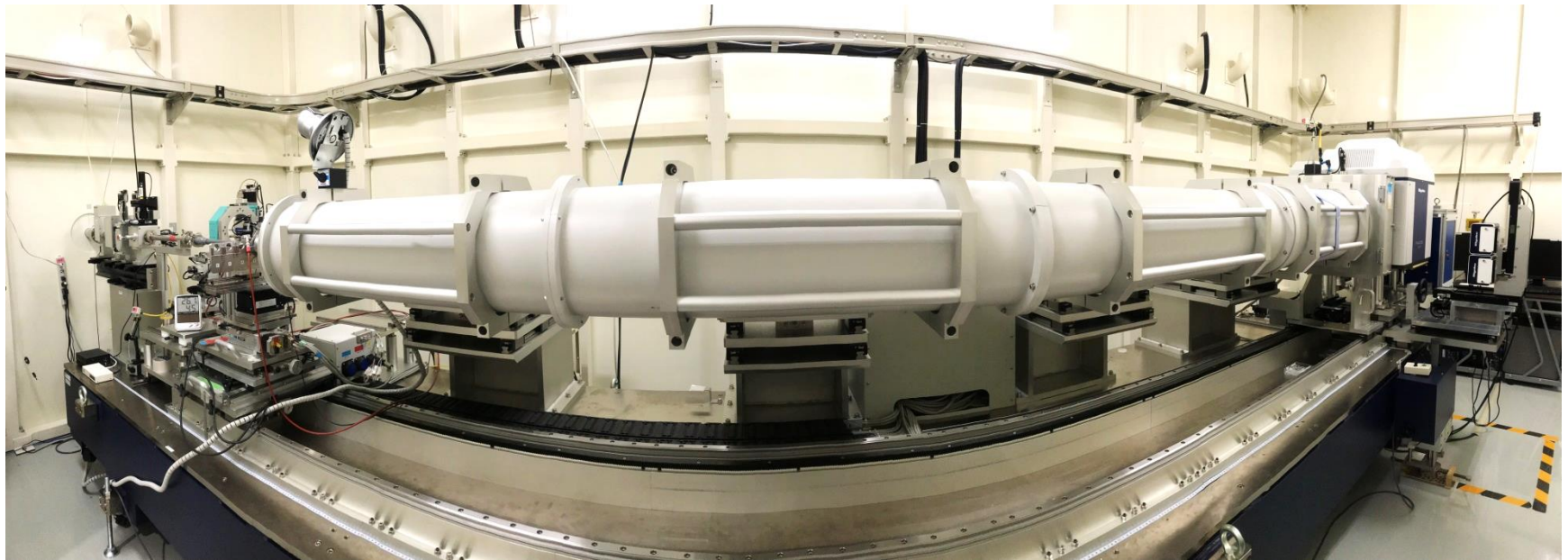
BL8S3：小角・広角 X線散乱測定を紹介

(公財)科学技術交流財団
あいちシンクロトロン光センター
杉山信之

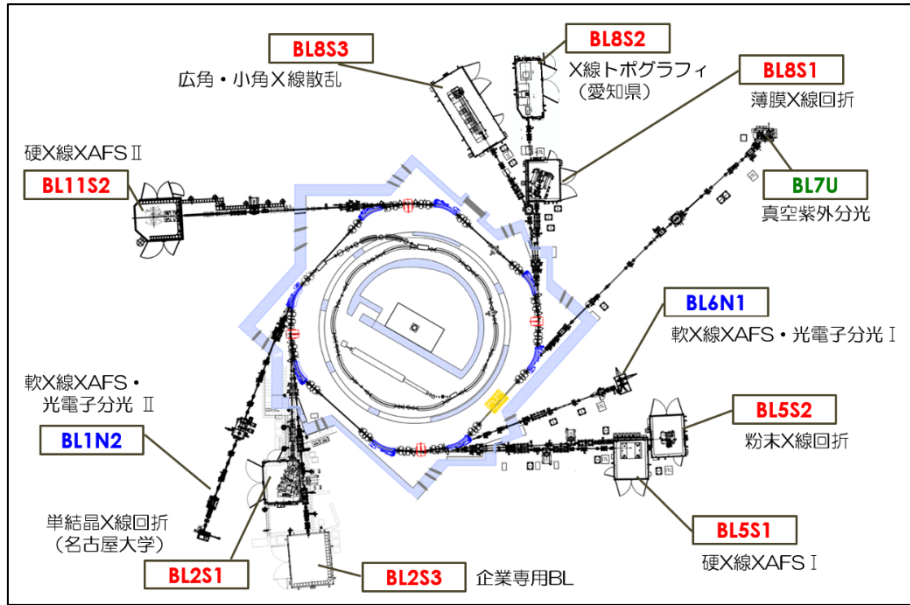


内容

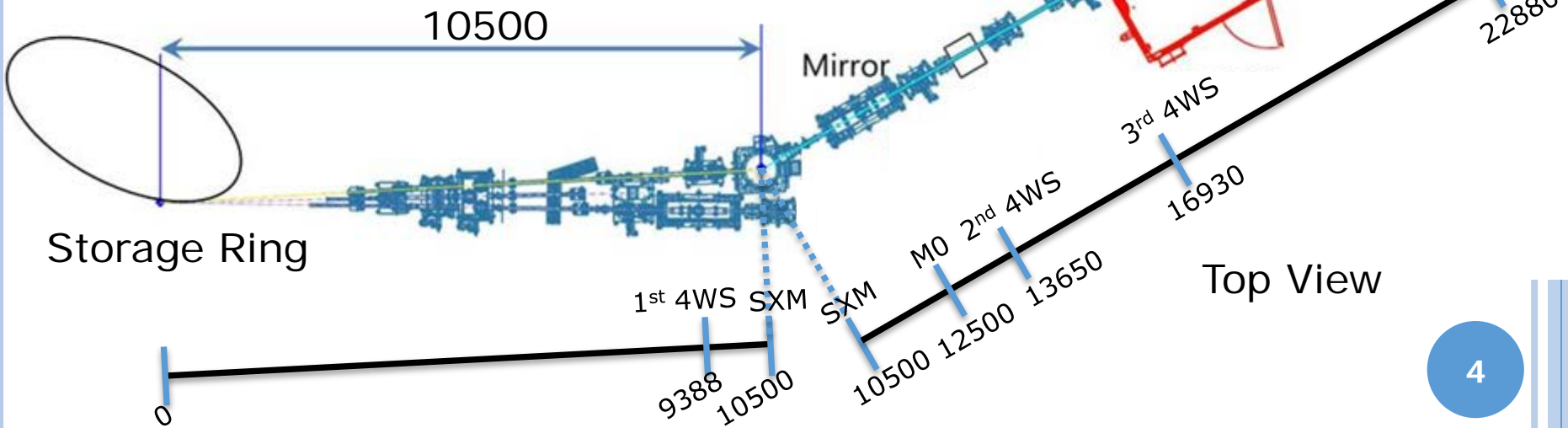
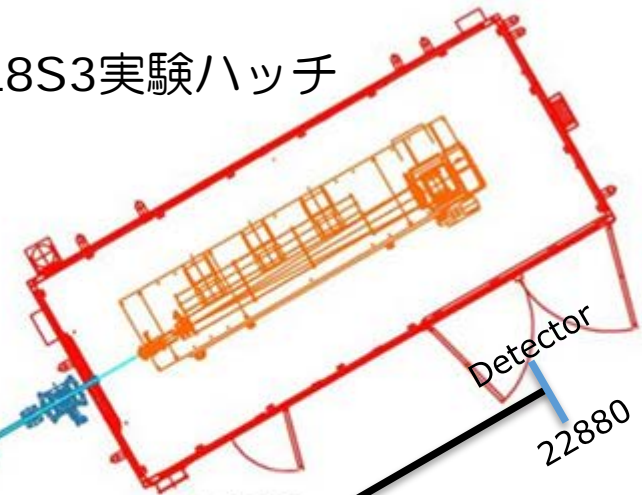
1. BL8S3 ビームライン概要
 - 主な仕様
2. 広角・小角X線散乱
 - 画像 → 散乱プロファイル
 - カメラ長とQレンジ
 - Dual PILATUSの検出器配置
3. 測定の流れ
 - 測定プログラム
4. 測定例
 - 測定例1 (小角X線散乱)
 - 測定例2 (広角X線散乱)
5. 透過測定以外の特殊な測定モード
 - 測定例3 (陽極酸化膜)
 - 測定例4 (ポリエチレンシート)



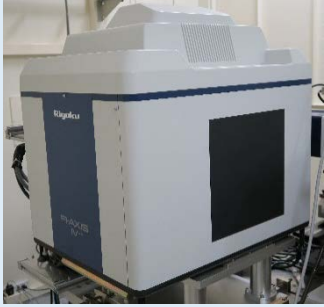


BL8S3 ビームライン概要



BL8S3実験ハッチ

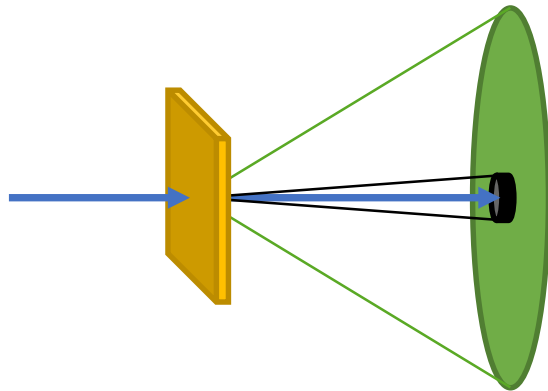
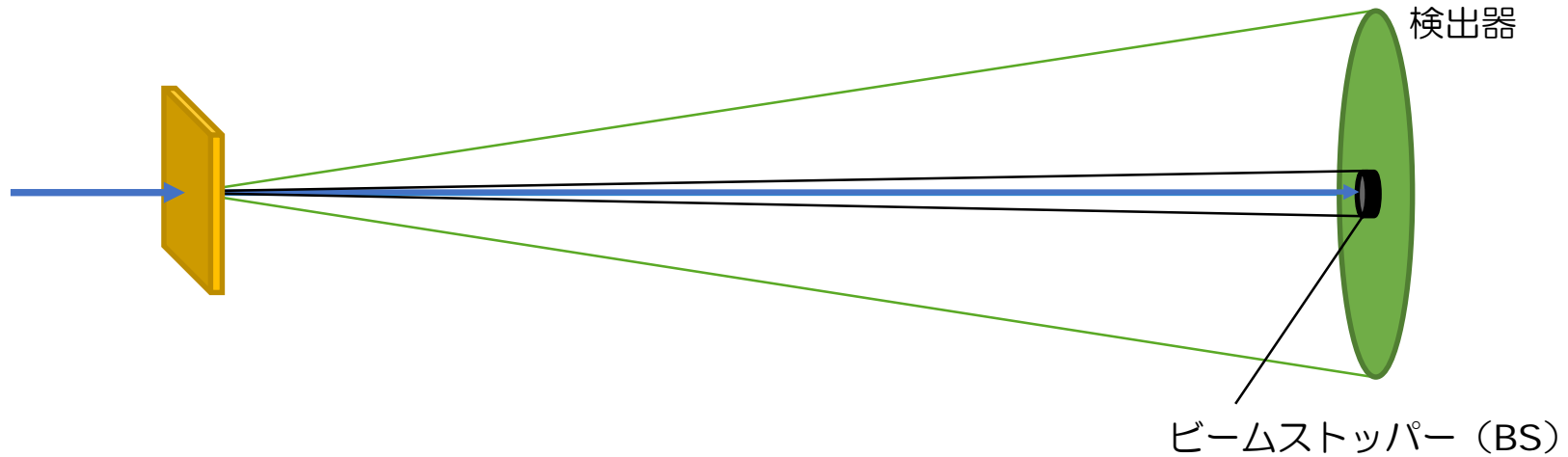


主な仕様

| | |
|--------------|--|
| 波長 | 1.50 Å (8.2 keV) or 0.92 Å (13.5 keV) |
| ビームサイズ | 試料位置でおよそ 1 mm(H) × 0.5 mm(V) |
| Beam stopper | φ6 mm |
| 検出器 | イメージングプレート PILATUS 100K フラットパネルセンサ (R-AXISIV++) |
| | <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;">  <p><u>大面積・ 広範囲qレンジ</u></p> </div> <div style="text-align: center;">  <p><u>時間分割測定</u></p> </div> <div style="text-align: center;">  <p><u>広角測定@ 広角・小角同時測定</u></p> </div> </div> |
| その他 | サンプルチェンジャー ・ 溶液セル ・ GI-SAXSステージ ・ 加熱ステージ 等 |
| ソフトウェア | データ処理 Fit2d [*] , ImageJ [*] , IgorPro6, OriginPro9 粒径・空孔径解析ソフトウェア NANO-Solver 総合粉末X線解析ソフトウェア PDXL2 等 |

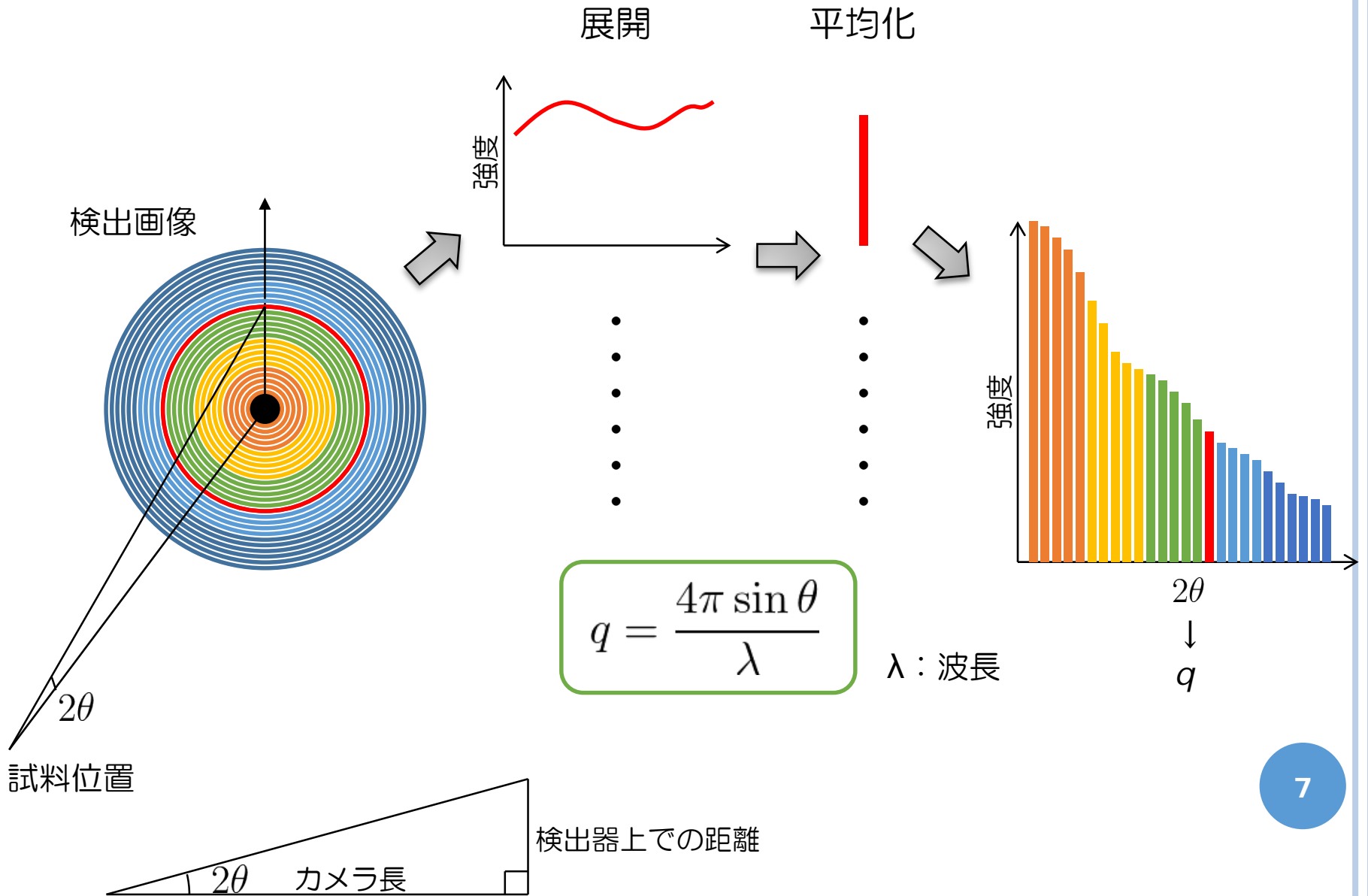
※フリーソフト

広角・小角×線散乱



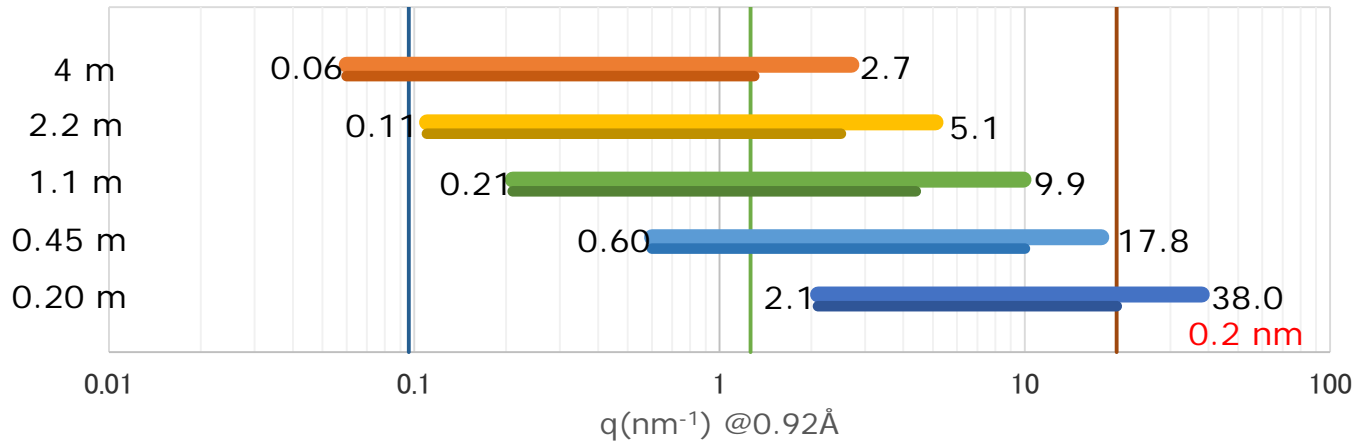
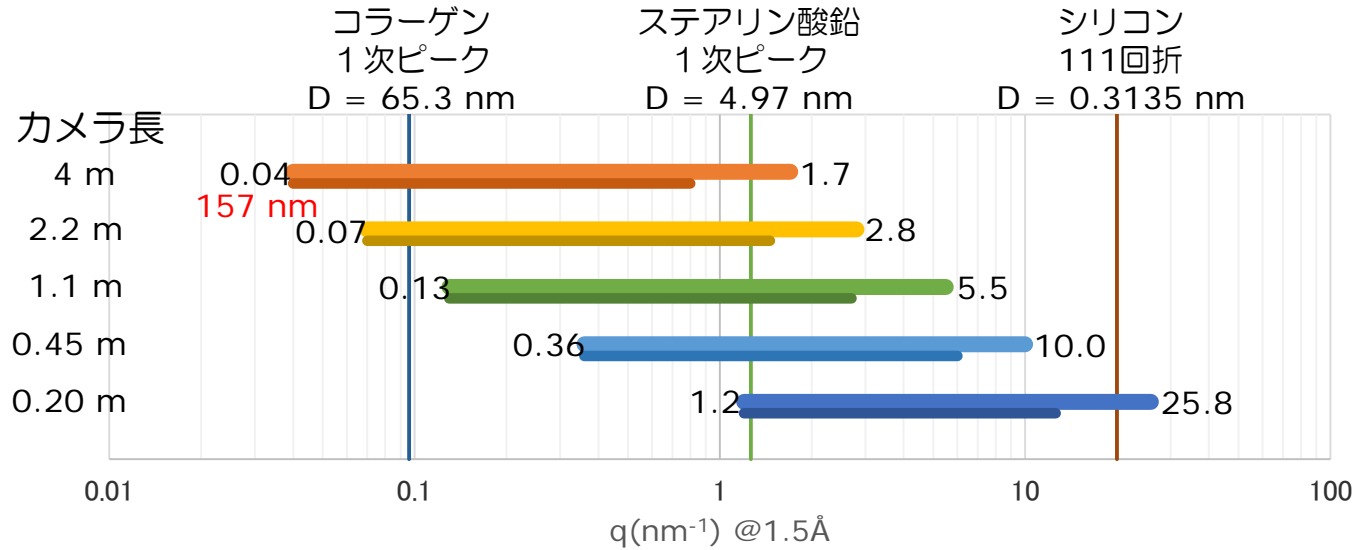
| | BS角度 | 検出器角度 |
|------------|------------------|------------------|
| カメラ長 長い | 小さい (低角がみやすい) | 小さい (広角がみえない) |
| カメラ長 短い | 大きい (低角がみえない) | 大きい (広角がみやすい) |

画像 → 散乱プロファイル

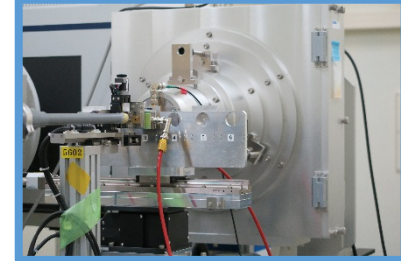
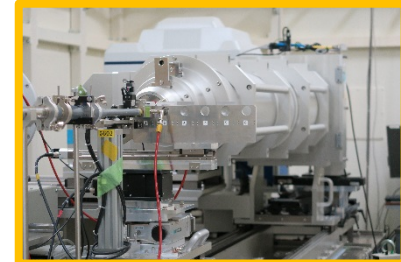
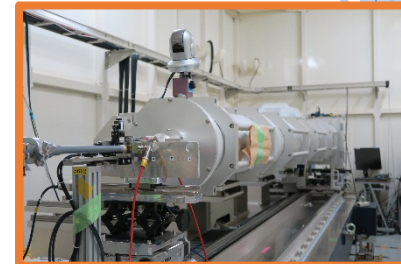


カメラ長とqレンジ

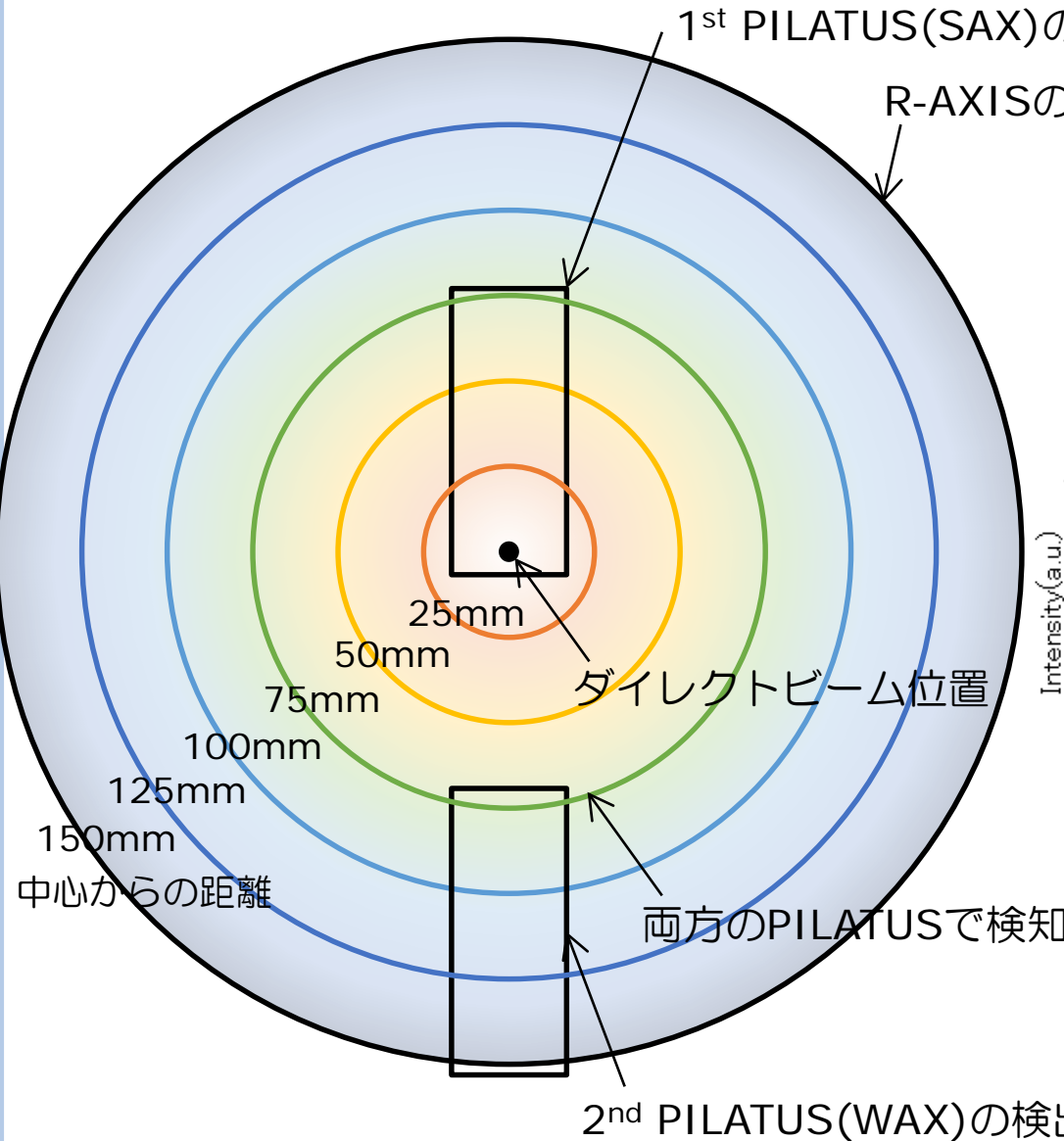
— R-Axis IV++
 — PILATUS 100K



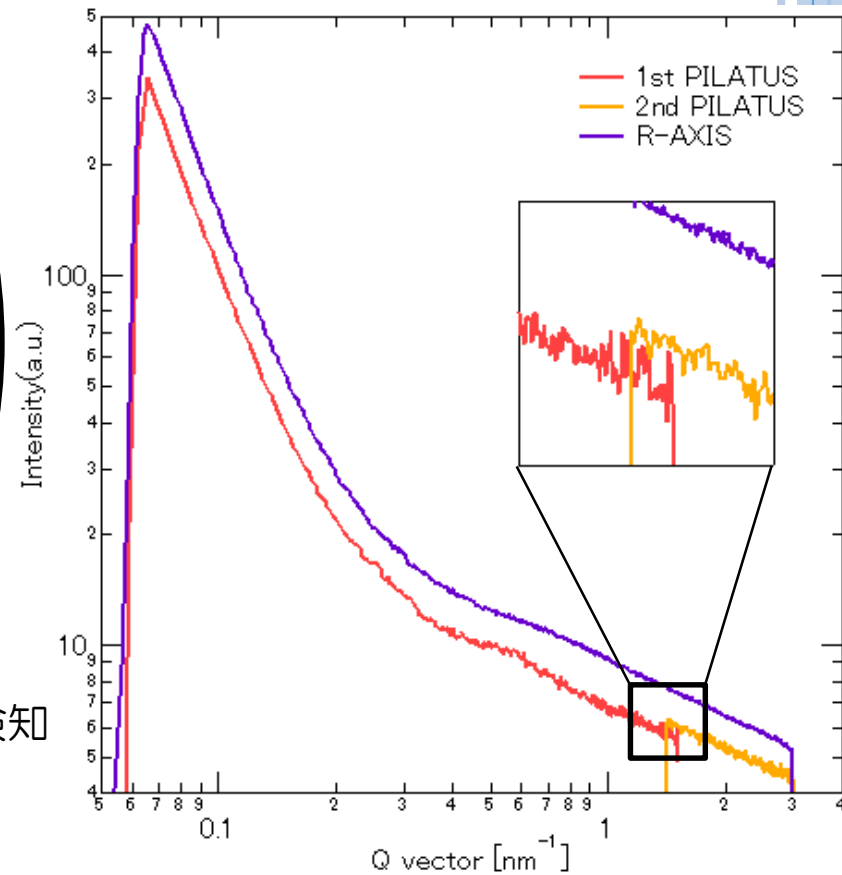
カメラ位置を固定し、試料位置を変更することでカメラ長を換える



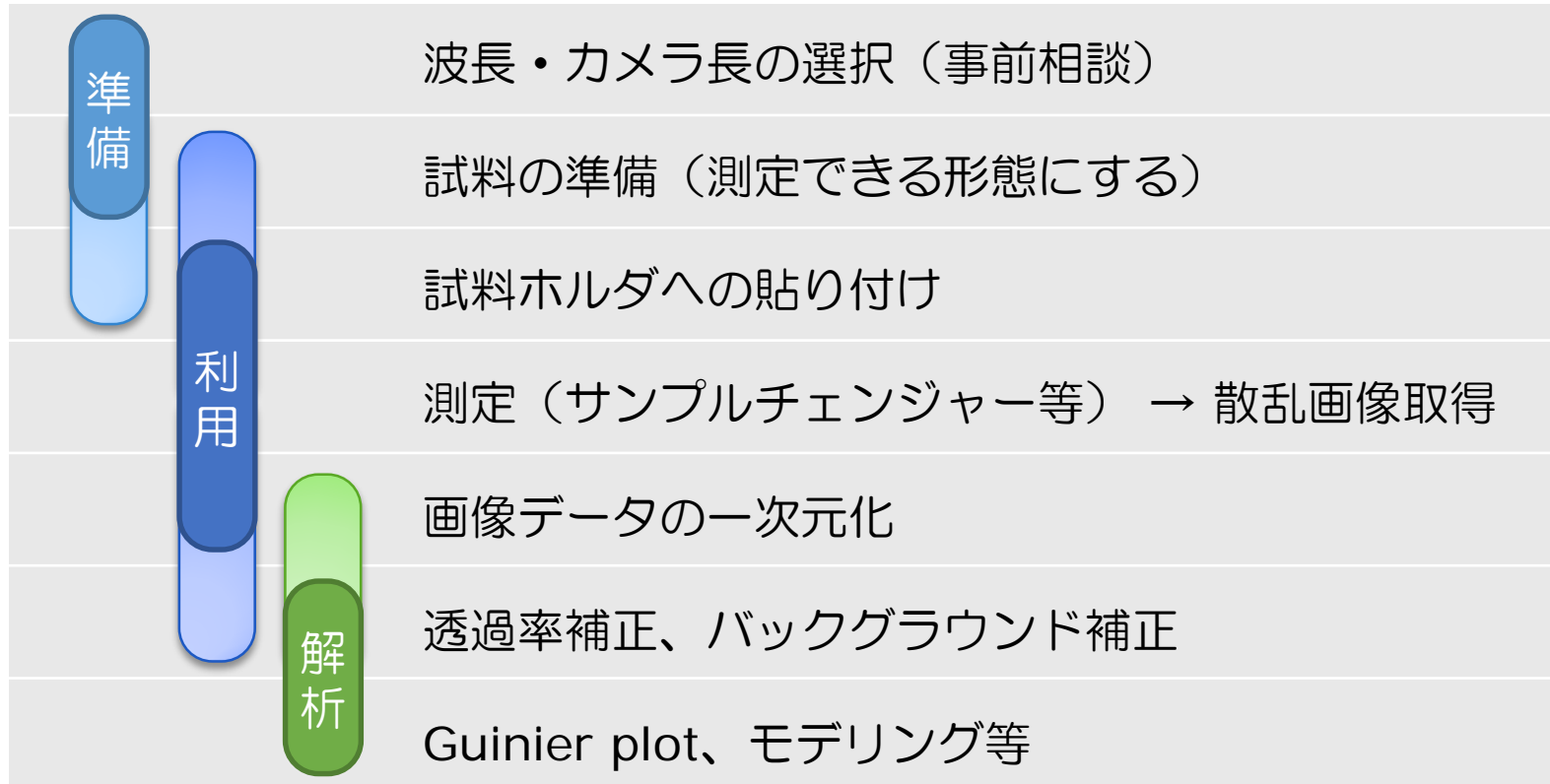
DUAL PILATUS の検出器配置



一次元化したデータ (カメラ長2m、8.2keV)

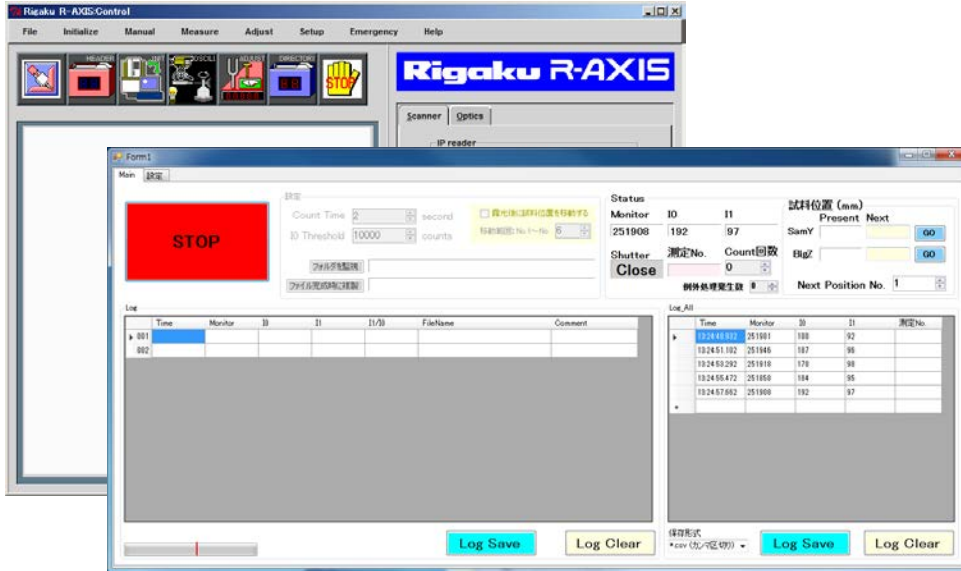


測定の流れ



測定プログラム

R-AXIS用



PILATUS用



| | R-AXIS | PILATUS |
|----------------|--------|---------|
| サンプルチェンジャーへの対応 | ○ | ○ |
| 試料位置調整後の露光開始 | △ | ○ |
| シャッターの自動制御 | ○ | ○ |
| マッピング測定、時分割測定 | ○※1 | ○ |
| X線強度、透過率の同時測定 | ○※2 | ○※2 |

※1 読み出し・消去のためインターバル4分が必要

※2 カメラ長1.1, 2.2, 4 m時のみ

測定プログラム

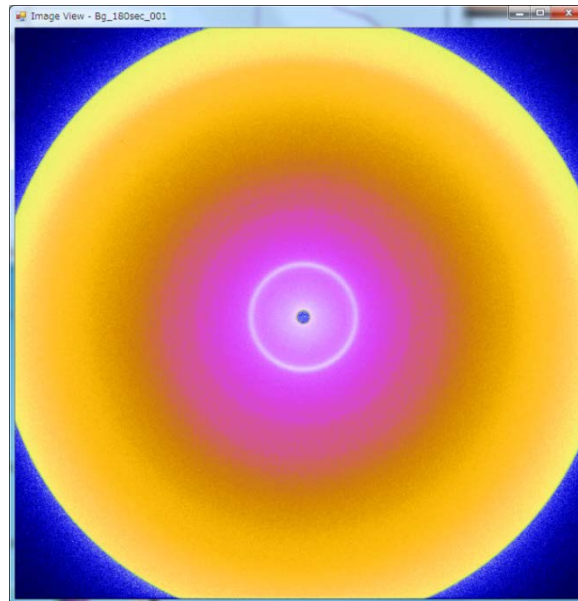
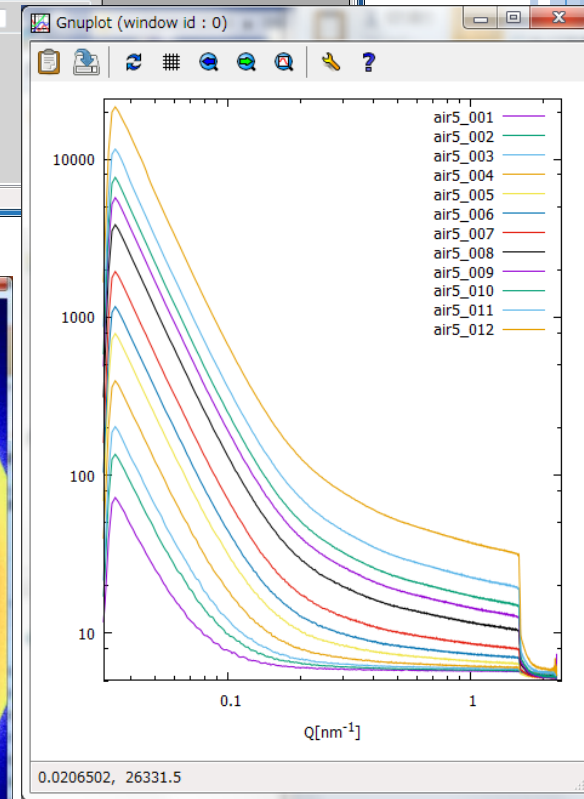
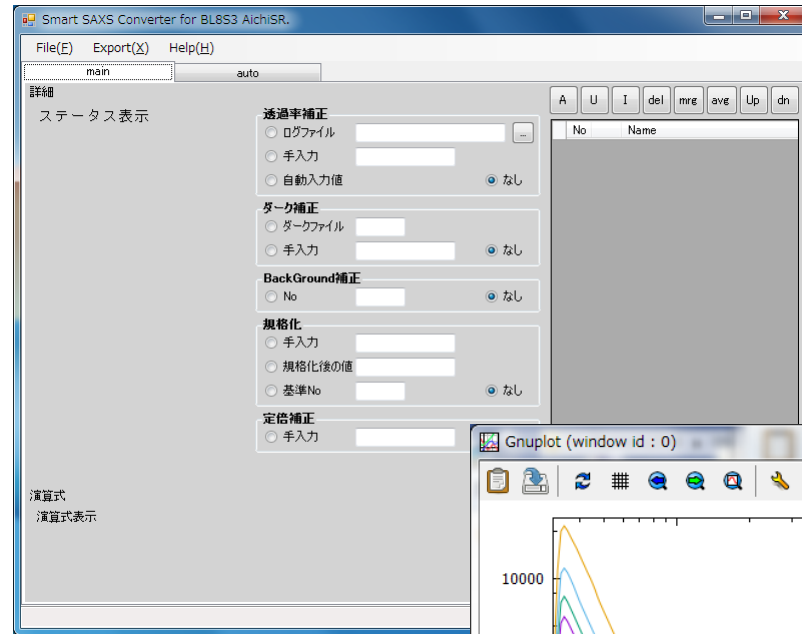
- 自動一次元化

画像読み取り完了 (R-AXIS)
露光完了 (PILATUS)

ファイル移動
(サーバPC → ローカルPC)

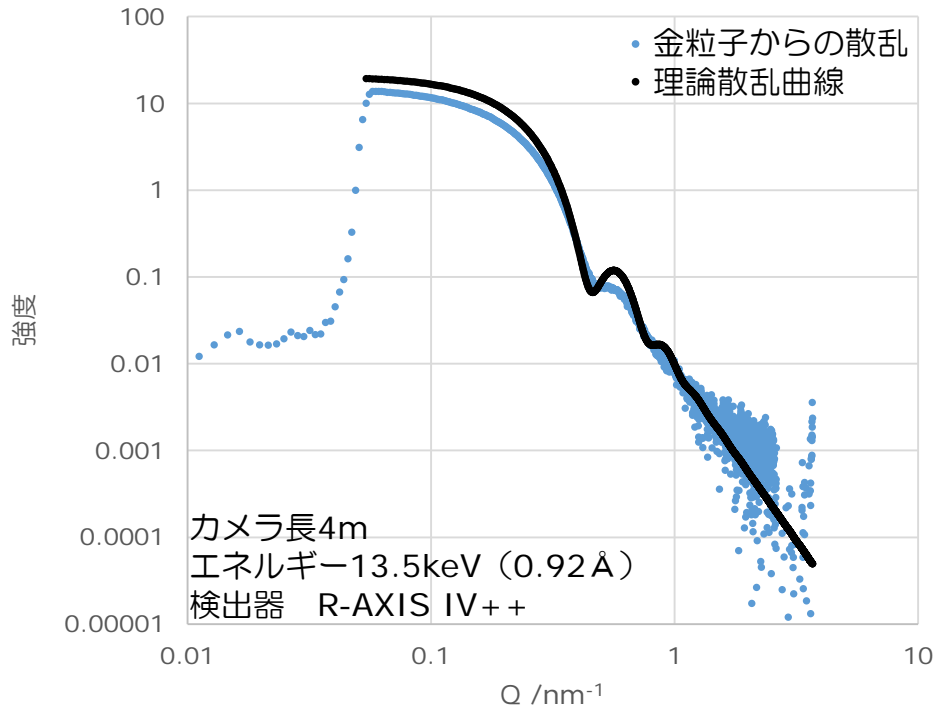
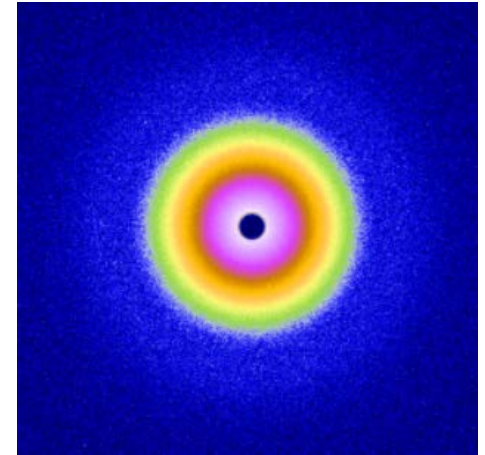
一次元化

グラフ表示・画像表示



測定例 1 : 小角X線散乱

粒子径がそろった粒子
市販金コロイド溶液



散乱プロファイルで極大が現れる
&
粒子径により極大の位置が変化する

極大の位置・形などから
 ・粒子サイズ
 ・粒子分布 がわかる

例

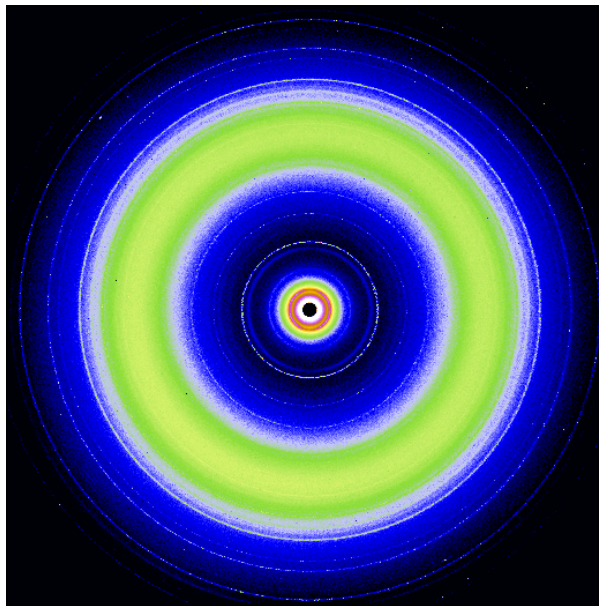
合金中の析出物

界面活性剤が形成するミセル

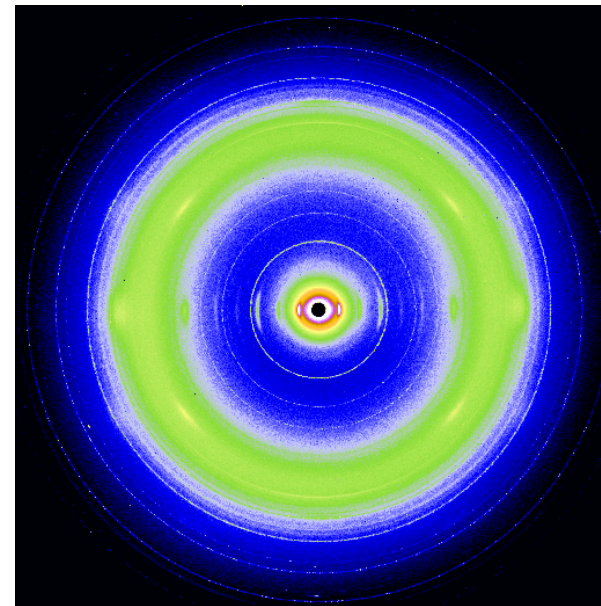


測定例2：広角X線散乱

輪ゴム（延伸倍率0）



輪ゴム（延伸倍率3倍）



↑
延伸方向
↓

カメラ長0.45m エネルギー13.5keV (0.92Å) 検出器 R-AXIS IV++

延伸に伴い、

- 結晶化
- 配向 が進行する

反応の**その場観察**などにも応用可能

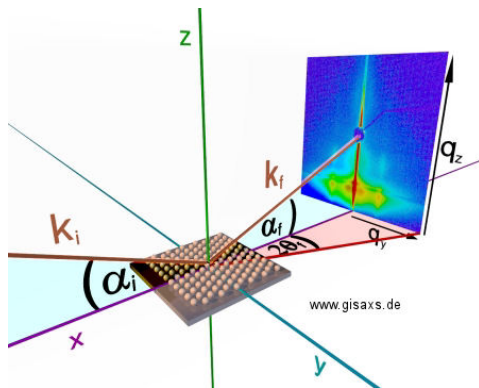
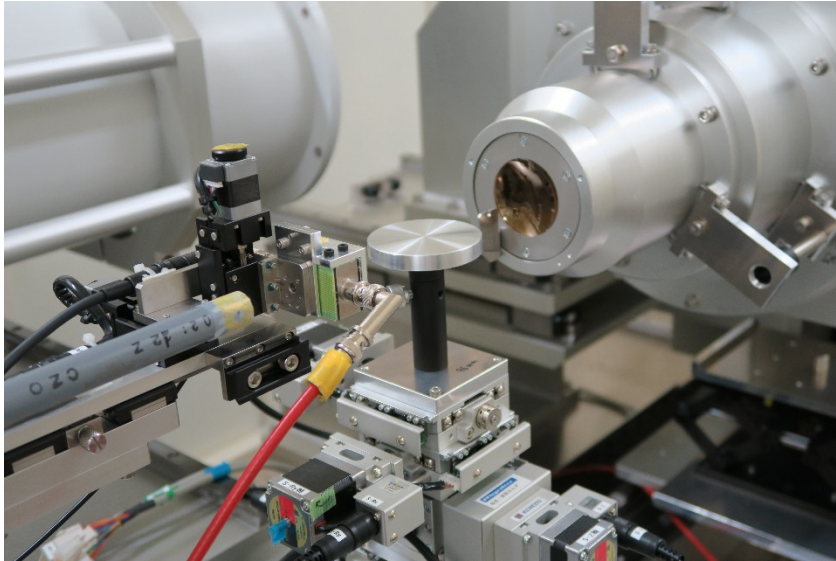
例

炭素材料の結晶性・配向分析

皮膚細胞と化粧品との相互作用

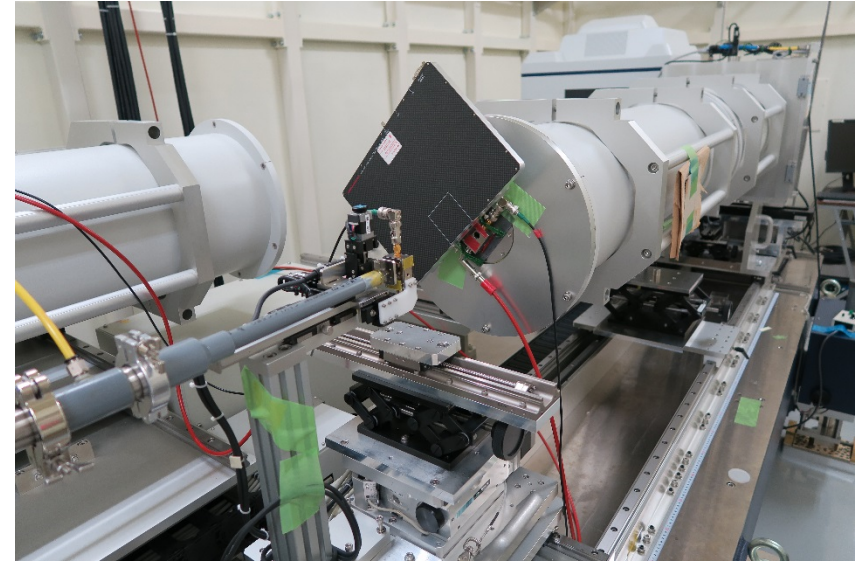
透過測定以外の特殊な測定モード

GI-SAXS



薄膜試料にX線をすれすれ入射、薄膜表面からの小角散乱を測定

広角・小角同時測定



試料から近距離と遠距離に2台の検出器を置き、広角・小角散乱を同時に測定する
 広角側検出器 : フラットパネルセンサ
 小角側検出器 : PILATUS 100K

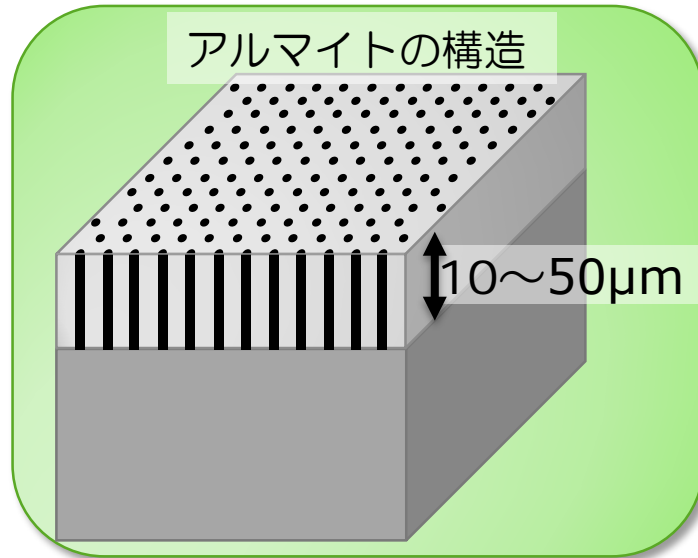
測定例 3 : 陽極酸化膜

アルミニウムの表面処理法のひとつ

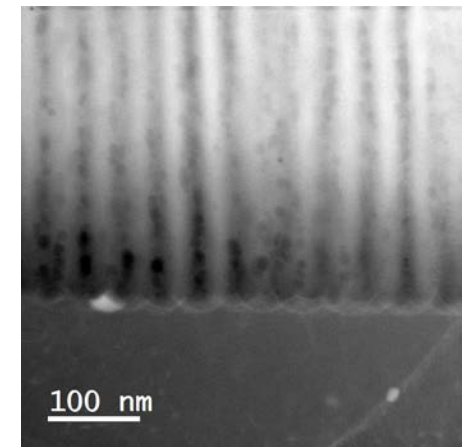
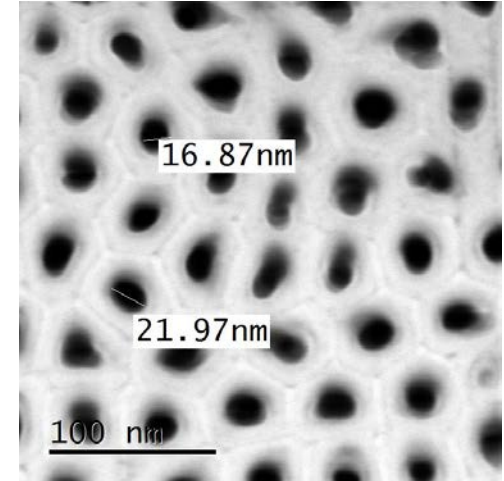
耐食性の向上
着色加工も可能



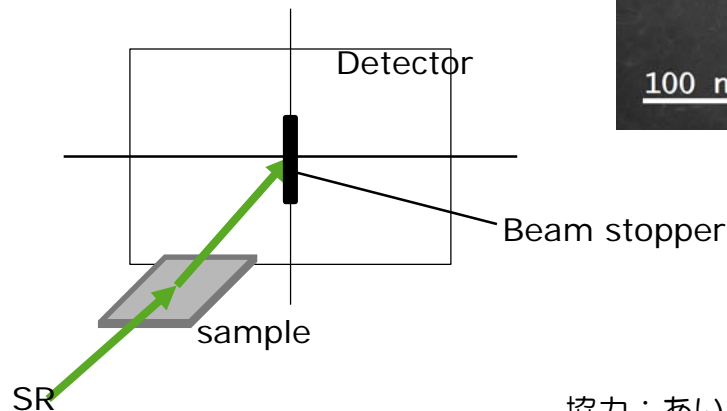
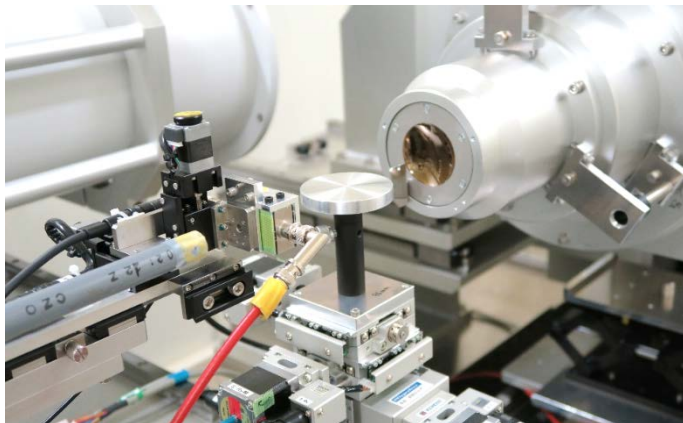
アルミサッシ
携帯電話のボディ



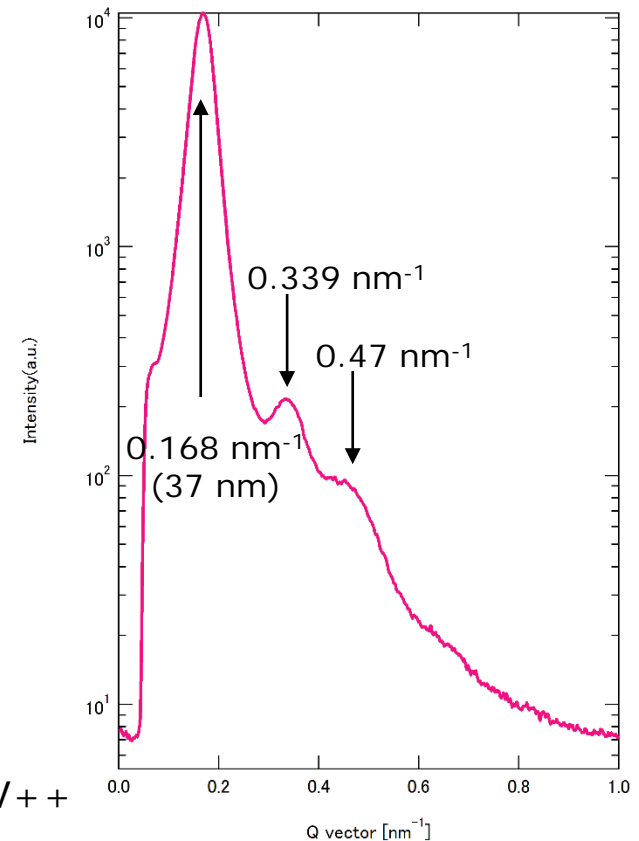
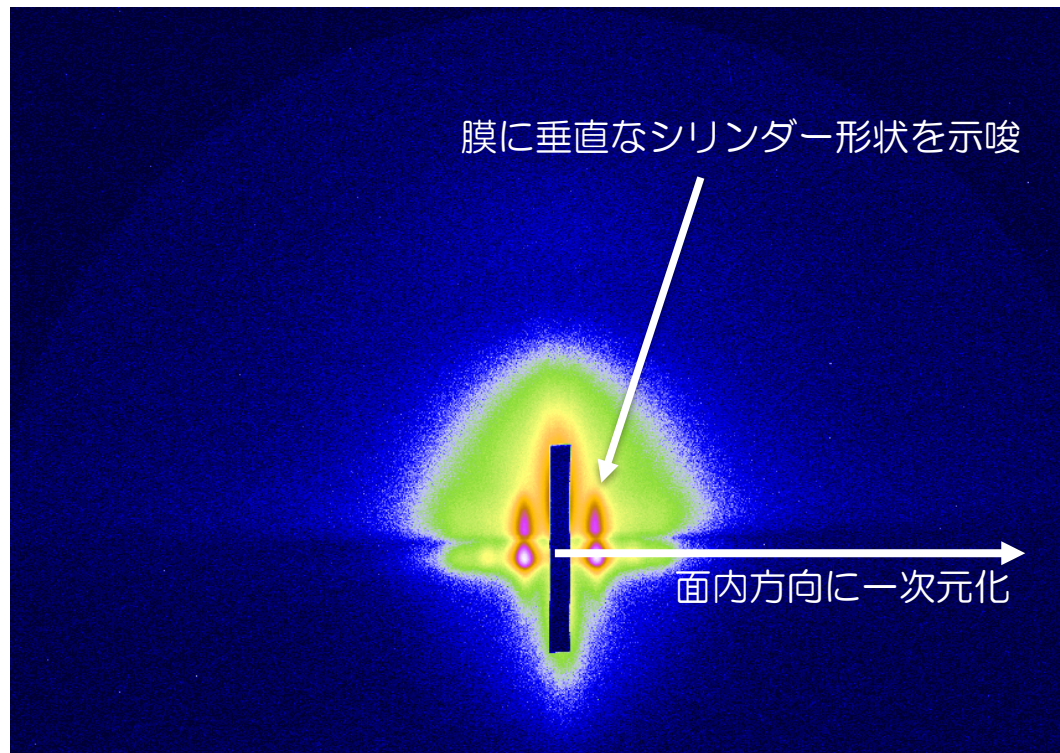
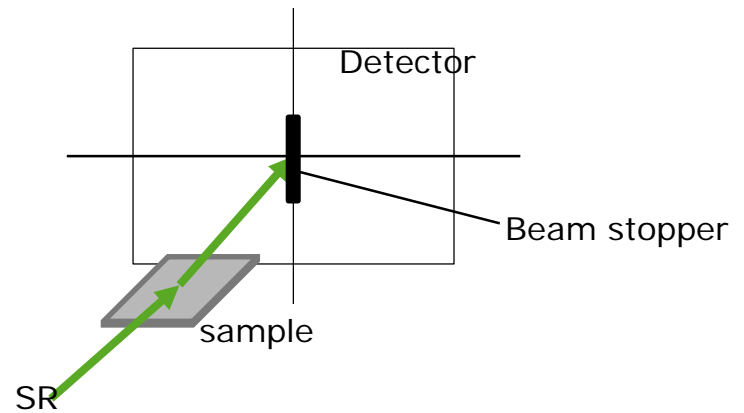
顕微鏡による観察



GI-SAXS

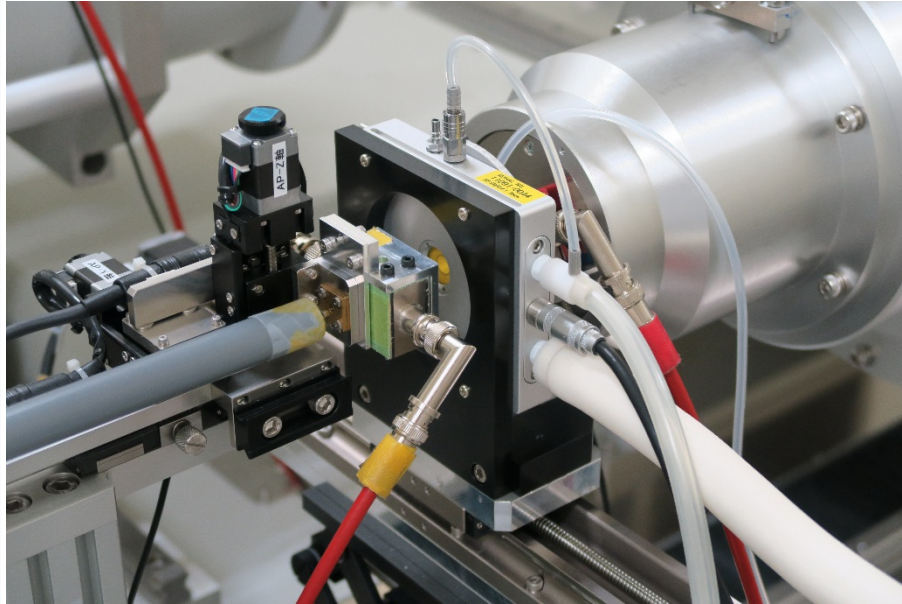


測定例3：陽極酸化膜



カメラ長4m エネルギー13.5keV (0.92 Å) 検出器 R-AXIS IV++

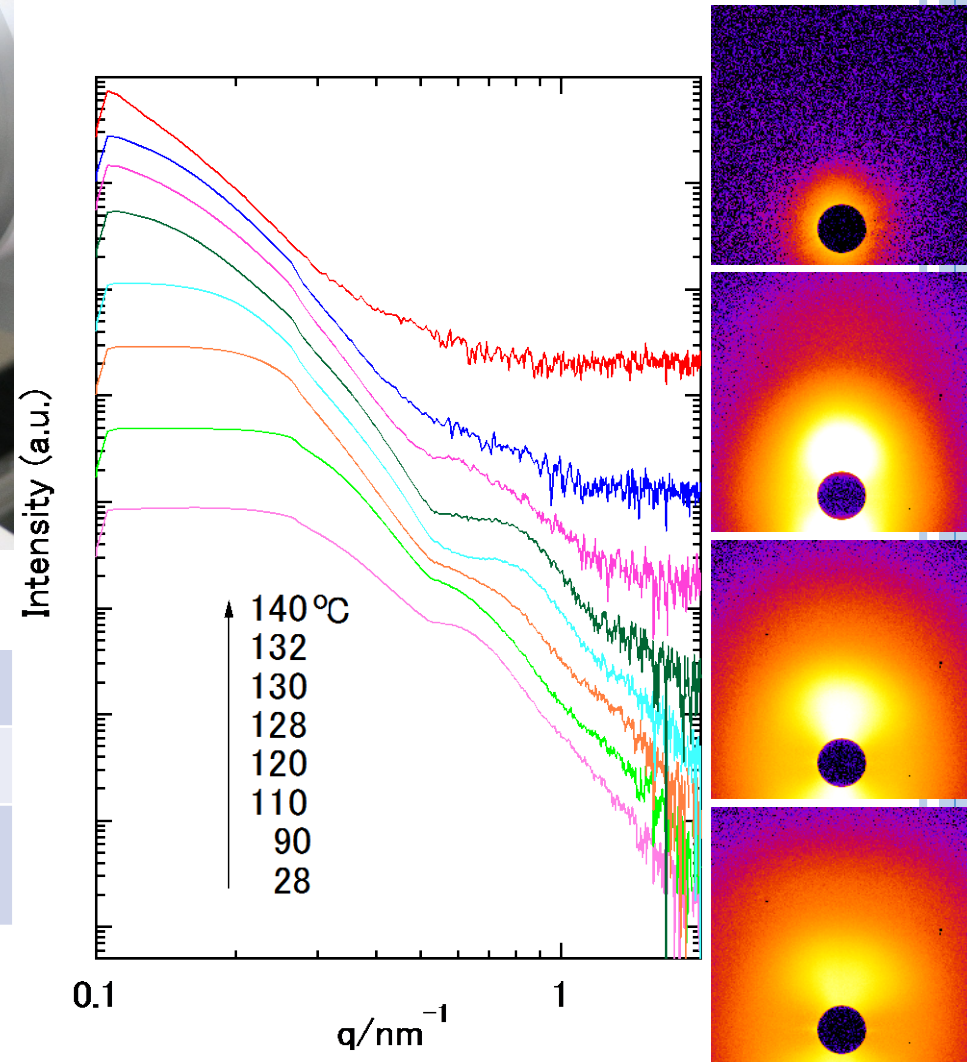
測定例4：ポリエチレンシート



顕微鏡用冷却加熱ステージ(10033L)

| | |
|-------|--|
| 温度範囲 | -190°C~600°C |
| 試料サイズ | 直径16 mm×厚さ1.5 mm |
| 温度精度 | ±0.05°C(室温~+600°C) ±0.2°C (-190°C~室温) |

例) 延伸したPEシートの加熱による収縮 → 融解



ご清聴ありがとうございました

ご利用をお待ちしております



個別利用相談が必要な方は、16：30～
BL8S3 杉山 信之
BL8S3 山元 博子 まで