



水溶液試料の小角散乱測定検討

徳田一弥、飯原順次
住友電気工業株式会社

1. 背景と研究目的

高濃度の電解質水溶液中のイオンの中～長構造を解析する手段の一つとして、小角散乱測定を検討している。この場合、対象となる q レンジは広角測定と小角測定の境界である数 nm^{-1} の領域と考えている。あいちSR BL08S3ではこのレンジを標準セットアップの一つとして用意していることから、利用を検討した。しかしながら、このような濃度の試料の測定事例が殆どなかったことから、試料セルによるBG等の影響の基礎検討を実施した。

2. 実験内容

測定試料としては、pHを3に調整したタングステン濃度0.5 Mの水溶液を用いた。このpHの場合、ポリタングステン酸イオンを形成しており、数nmのサイズになっているものと考えられている。

溶液試料セルとしては、50 mm、2 mm厚で中央に20 mmの窓を空けた石英製の平板試料台、2 mmのキャピラリ（材質：ポロシリケートガラス）を用意した。平板試料台の窓には50 μm 厚のカプトンおよびマイカを使用した。ビームサイズが横長であることから、キャピラリは溶液を封入した後、スライドマウントに水平に固定した。

測定にはあいちSR BL08S3を利用した。測定エネルギーは13.5 keV、カメラ長を1.1 mとすることで、 q レンジで、 $0.21 \text{ nm}^{-1} \sim 9.9 \text{ nm}^{-1}$ の測定が可能となる。検出器はイメージングプレート（Rigaku製 R-AXIS IV++）を用い、露光時間は1試料あたり10分とした。

3. 結果および考察

溶液セルのみの測定結果をFig.1に示す。透過率を用いた吸収補正は実施済みである。BGの高い順に、カプトン、マイカ、キャピラリとなっている。キャピラリの散乱強度はAirと記載した溶液セル無しでの散乱強度とほぼ一致している。また、 4 nm^{-1} 、 7 nm^{-1} 近辺にピークが認められている。カプトン窓ではこのピークが特に強く現れており、カプトン起因のピークであることがわかる。他の測定結果においても同様のピークが現れているが、これは測定系に用いられている7.5 μm 厚のカプトンに起因する。

Fig.2に水溶液の小角散乱測定結果を示す。カプトン窓を用いた場合のみ、 4 nm^{-1} の位置にピークが認められている。この測定結果からBGを差し引いた結果をFig.3に示す。BG除去によりカプトン起因のピークが除去されており、良好な小角散乱パターンを得ることができた。しかしながら、吸収補正を実施しているにもかかわらず、用いた溶液セルによって散乱強度の絶対値が異なっている、 3 nm^{-1} のピーク形状がマイカ、カプトンで鈍っている。これら原因に関しては、今回の測定条件においては、試料による吸収が大きく透過率が5%以下である。そのため、より精密な吸収補正の必要かもしれないと考えており、今後検討を進める。

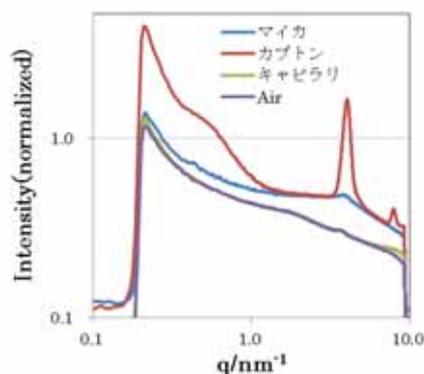


Fig.1 溶液セルによるBG比較

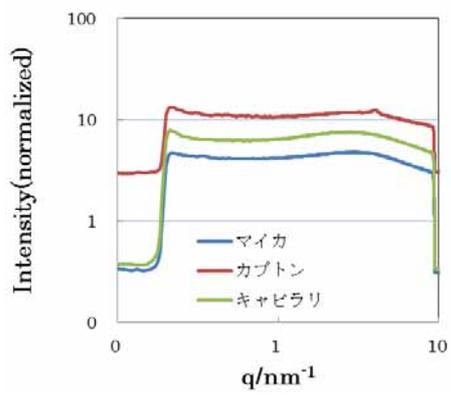


Fig.2 BG 補正前の小角散乱測定結果

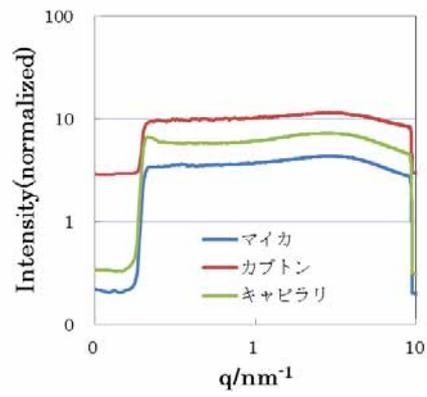


Fig.3 BG 補正後の小角散乱測定結果