



光ビームプラットフォーム X線小角散乱ラウンドロビン実験

杉山 信之¹, 山元 博子¹, 佐藤 眞直², 大坂 恵一², 加藤 裕和³, 上原 康¹
¹ 科学技術交流財団, ² 高輝度光科学研究センター, ³ あいち産業科学技術総合センター

キーワード : X線小角散乱, ラウンドロビン, 金コロイド溶液

1. 背景と研究目的

光ビームプラットフォーム事業で、施設横断的な利用促進並びに標準化活動の一環として、ラウンドロビン実験を実施している。今年度より、X線小角散乱法のラウンドロビン実験を開始し、8月にSPring-8のBL19B2において、第1回目が実施された。今回、その第2回目として、“あいちSR”・BL8S3において、同様の実験を実施した。

2. 実験内容

Sigma-Aldrich 製金コロイド溶液(平均粒子径 5 nm, 10 nm, 20 nm, 30 nm) を用意し、それぞれを試料セルに入れて SAXS 測定を行った。測定に使用した溶液セルは、光路長は 3 mm、人工マイカ(厚み 20 μm) をセルの窓材とした。

Table.1 各ビームラインでの実験条件

ビームライン	AichiSR BL8S3	SPring-8 BL19B2
エネルギー	13.5 keV	18 keV
ビームサイズ	H0.4 mm \times V0.3 mm	H0.3 mm \times V0.3 mm
カメラ長	4016.4 mm	3045 mm
検出器	PILATUS 100K	PILATUS 2M
露光時間	300 s	60 s

各試料について、バックグラウンド散乱と同程度の散乱強度になるまで 3 倍希釈と測定を繰り返した。なお、希釈は 0.025w/v% Tween20 水溶液を用いた。測定条件は Table.1 のとおりである。SPring-8 の BL19B2 でも同じ試料を用いて実験を行った。その条件も Table.1 に示す。なお、カメラ長はベヘン酸銀の回折ピークを用いて校正した。得られた散乱画像は全周にわたって円環平均し、横軸を波数ベクトル(\AA^{-1})とした。一方、縦軸は透過率補正、バックグラウンド補正を行った後、絶対強度に換算し解析を行った。

3. 結果および考察

Fig.1 は、測定した金コロイド溶液のうち、粒径 30 nm の未希釈の溶液の散乱プロファイルを示したものである。Modeling は、Sigma-Aldrich の Web サイトから得られる粒径 30 nm の金コロイド溶液の情報から計算されたプロファイルである。計算プロファイルと比較すると、①全体強度が低い、②極大・極小の位置が低波数側にシフト、③極大・極小の強度差が小さい、という違いがあった。これは、①試料の濃度が公表されている値より小さい、②粒径が 30 nm より大きい、③粒径の分散が公表値より大きいためと考えられる。一方、2つのビームラインで違うのは、①強度、②高波数側のノイズの大きさ、③低波数側のプロファイルの形状である。①は絶対強度換算時のずれであると思われる、係数の計算方法に差異がある可能性がある。②は検出器の面積が異なるため、BL8S3 の検出面積が小さいため、ノイズは大きくなる。③は主にビームサイズ及びピクセルサイズが有限であるために起こるプロファイルの歪み(スメアリング)の差であると考えられる。今後、スメアリングの程度やバックグラウンド強度の比較等をすすめる。

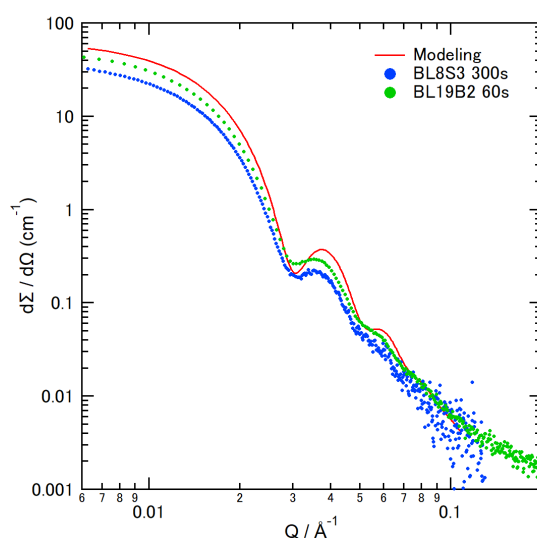


Fig.1 Au ナノ粒子(30nm)の散乱プロファイル