

産業利用ビームラインBL19B2での X線小角散乱実験

BL19B2

(公財) 高輝度光科学研究センター
産業利用推進室
佐藤真直

- 1 小角X線散乱について
- 2 大型放射光施設SPring-8について
- 3 産業利用ビームライン I BL19B2について
- 4 BL19B2小角X線散乱装置利用事例

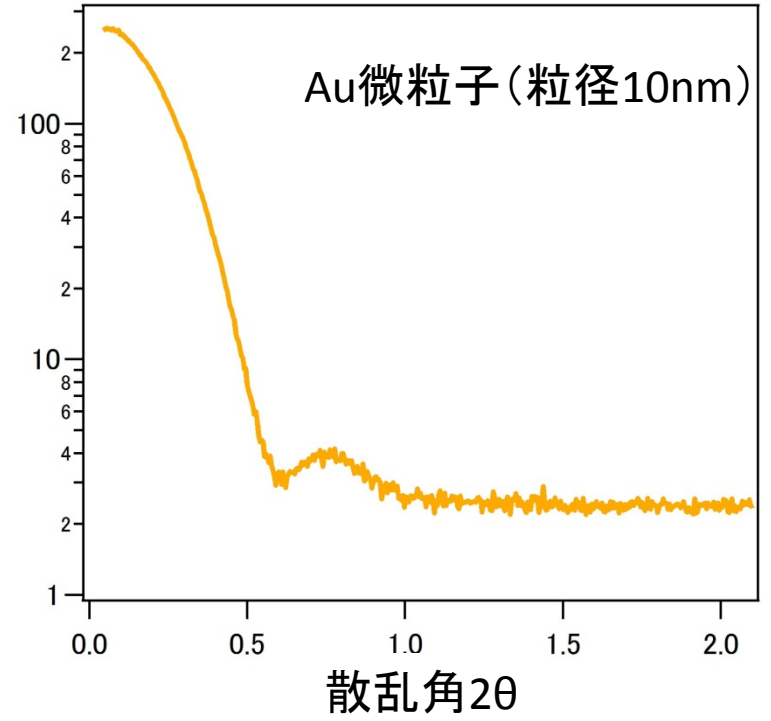
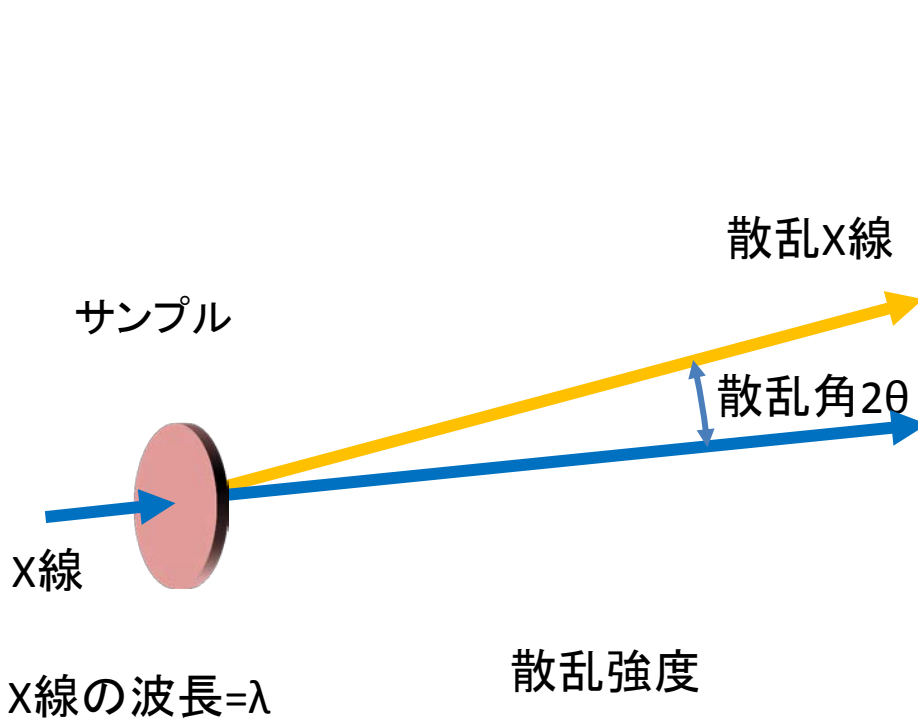
1 小角X線散乱について

2 大型放射光施設SPring-8について

3 産業利用ビームライン I BL19B2について

4 BL19B2小角X線散乱装置利用事例

X線散乱測定



散乱強度

$$I(q) = A \cdot I_0 \cdot |F(q)|^2$$

入射X線強度= I_0

A: 装置係数

F(q): 構造因子

波数

$$q = 4\pi \frac{\sin(\theta)}{\lambda}$$

材料の構造とX線散乱

結晶粒
凝集体

析出物
分子集合体(ミセル、等)

原子配列
分子構造



散乱角 2θ ($^\circ$)
@E=18keV



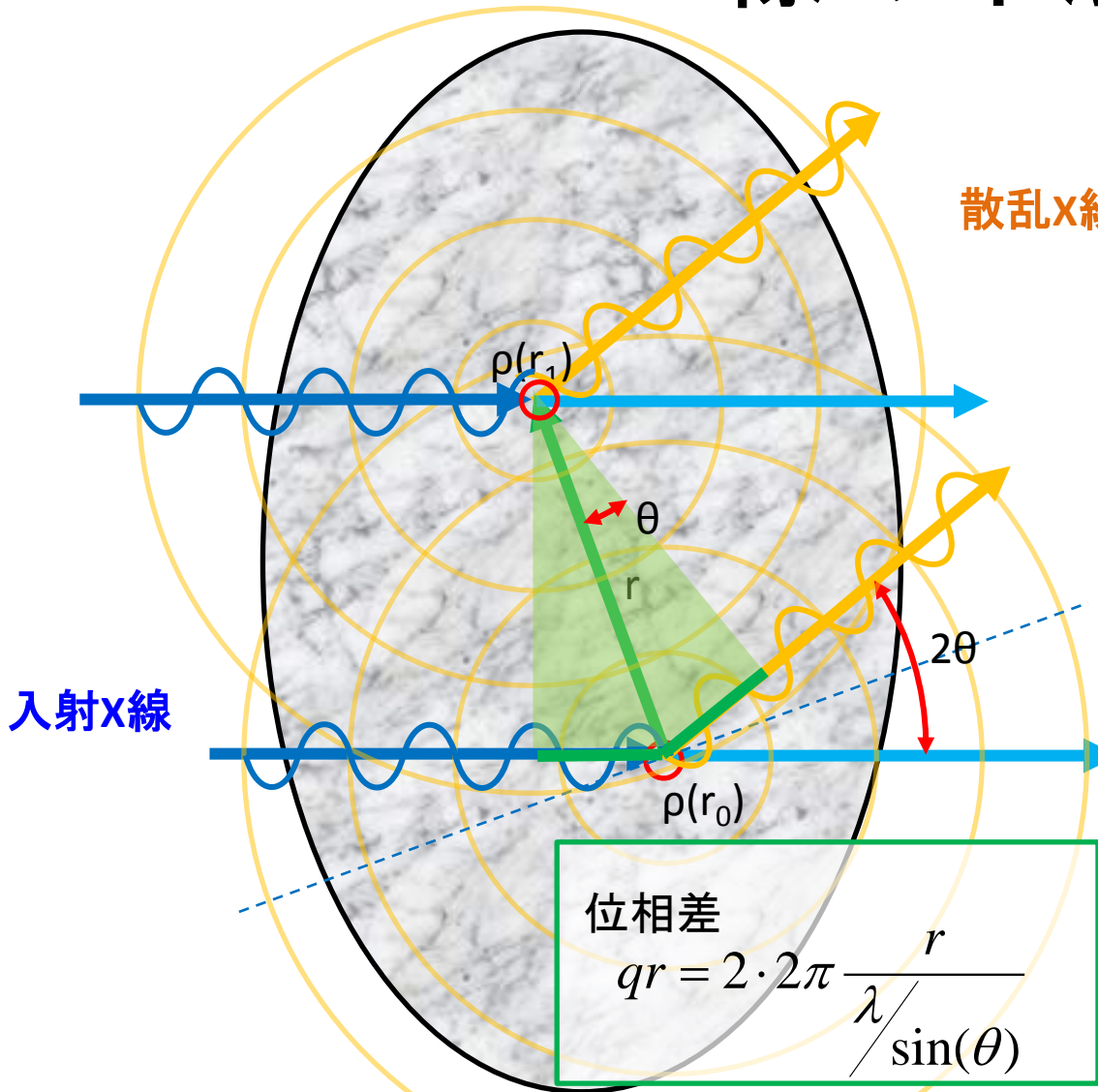
q (nm^{-1})



X線散乱強度



X線の干渉



散乱X線強度 $I(q) = A \cdot I_0 \cdot |F(q)|^2$

構造因子:
物質の構造のフーリエ変換

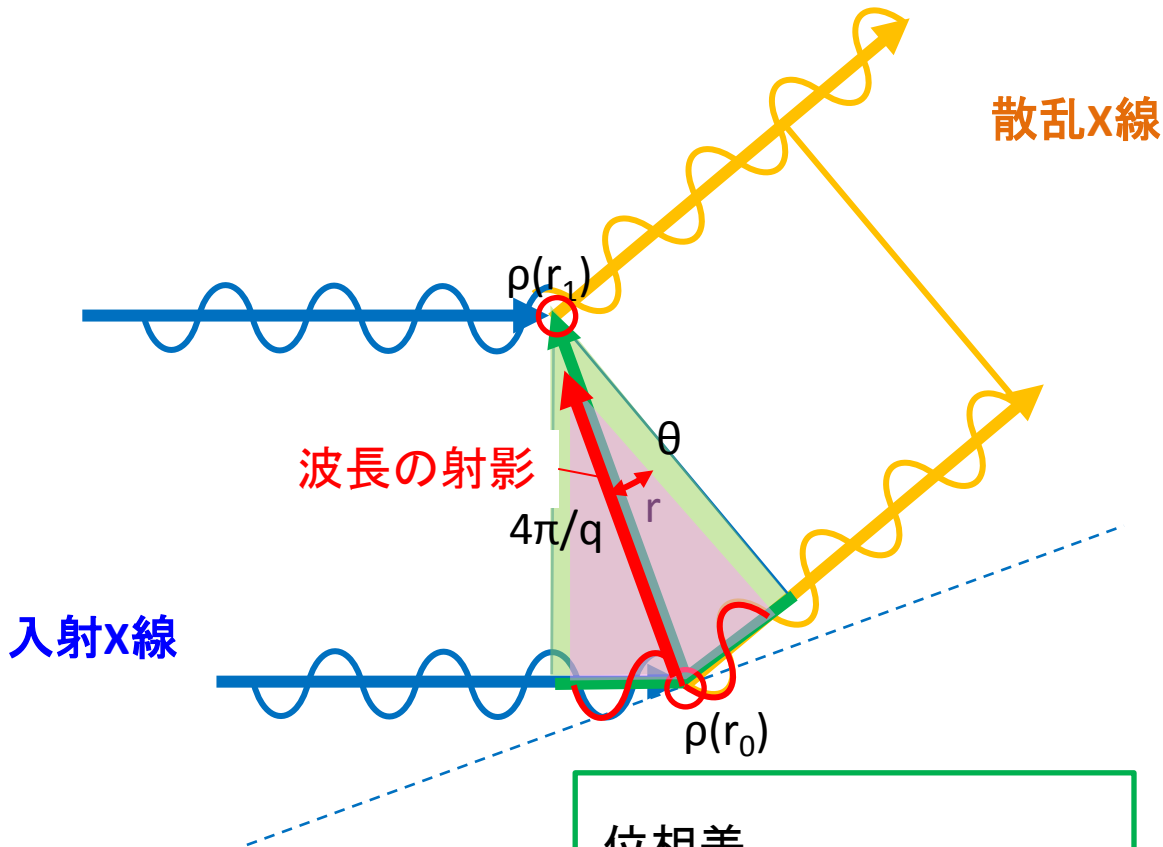
$$F(q) = \int \rho(r) \exp(-iqr) dr$$

$\rho(r)$:物質内の密度分布

位相差

$$qr = 2 \cdot 2\pi \frac{r}{\lambda / \sin(\theta)}$$

X線の干渉



波数: 波の個数

$$q = 2 \cdot \frac{2\pi}{\lambda / \sin(\theta)}$$

位相差

$$qr = 2 \cdot 2\pi \frac{r}{\lambda / \sin(\theta)}$$



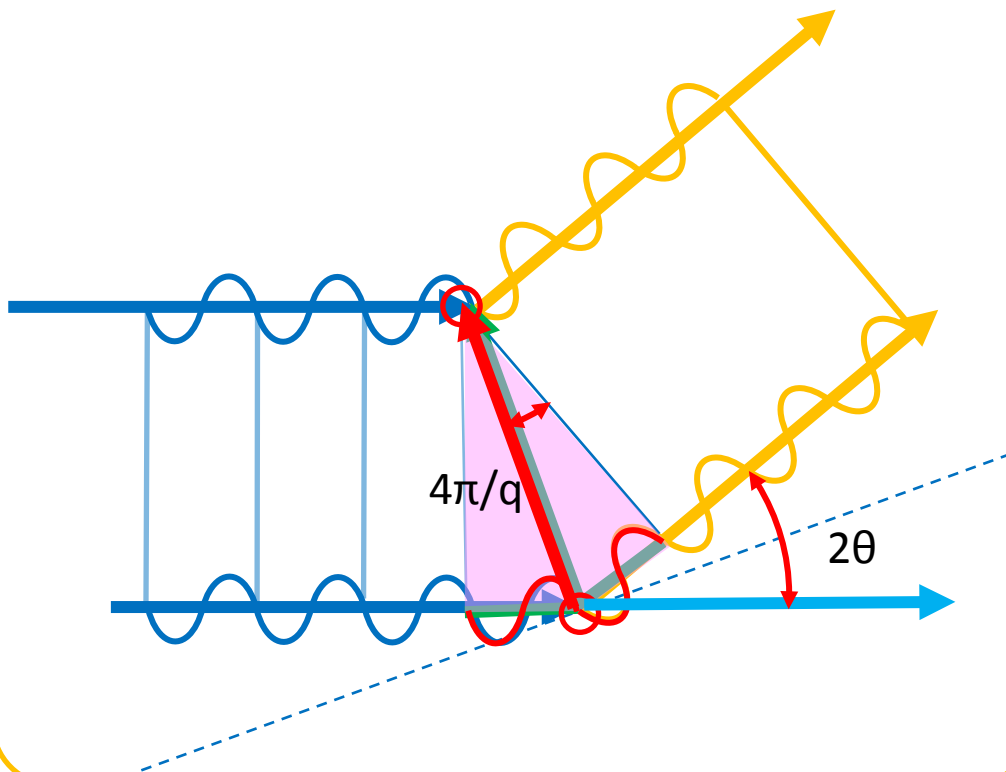
$n \cdot 2\pi$ になると強めあう

X線の干渉

波数 q : 構造サイズの「ものさし」

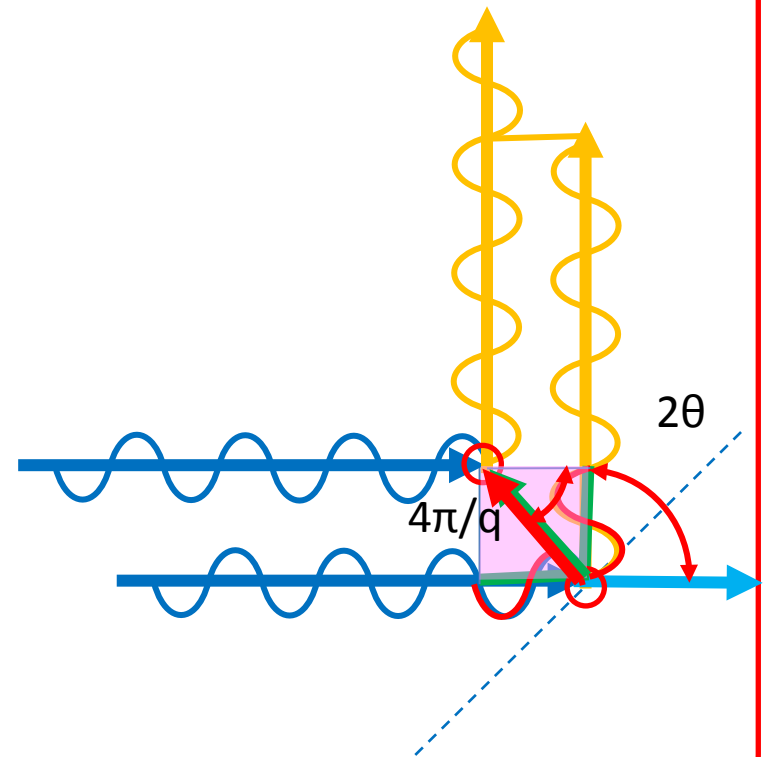
$4\pi/q$:大 \Rightarrow q :小 (2θ 小)の場合

r 大:大きなサイズの構造情報



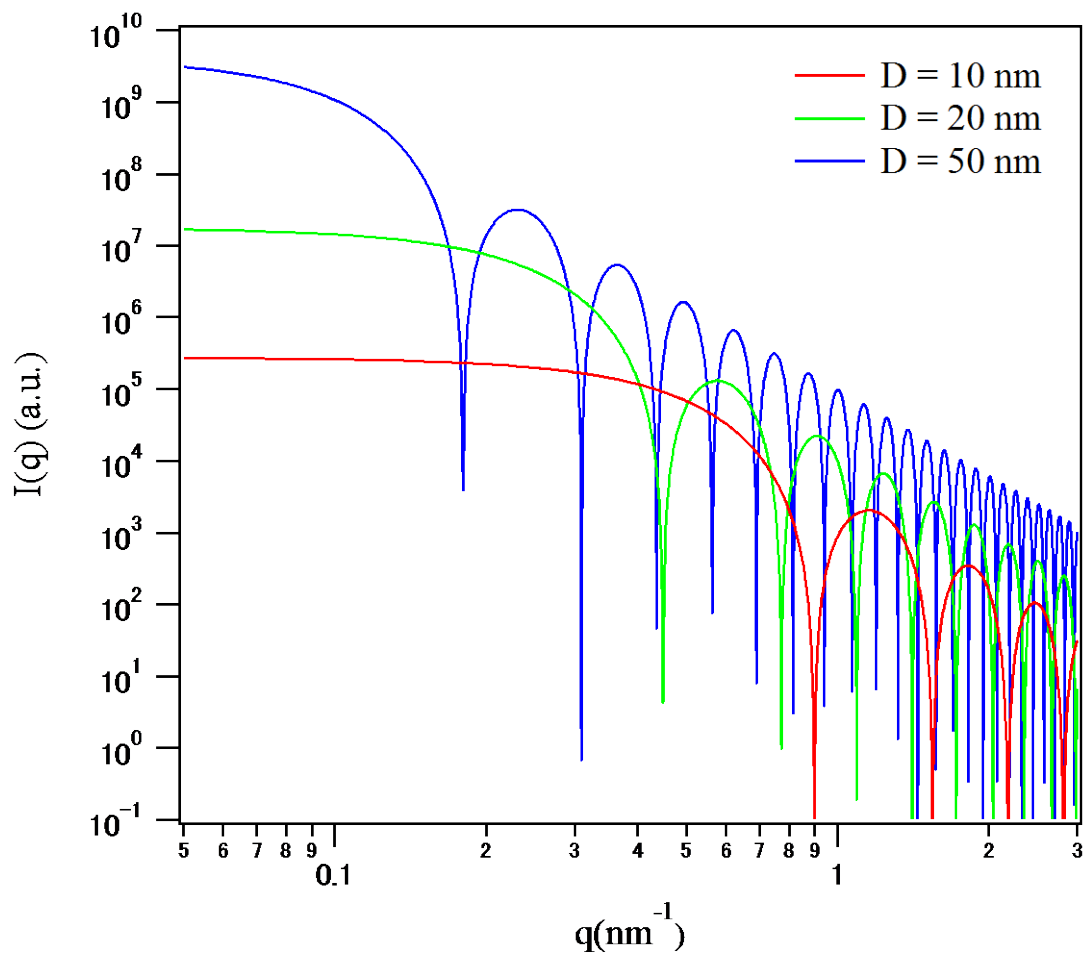
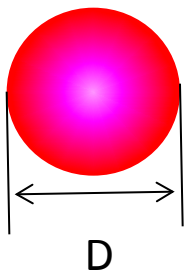
$4\pi/q$:小 \Rightarrow q :大 (2θ 大)の場合

r 小:小さなサイズの構造情報



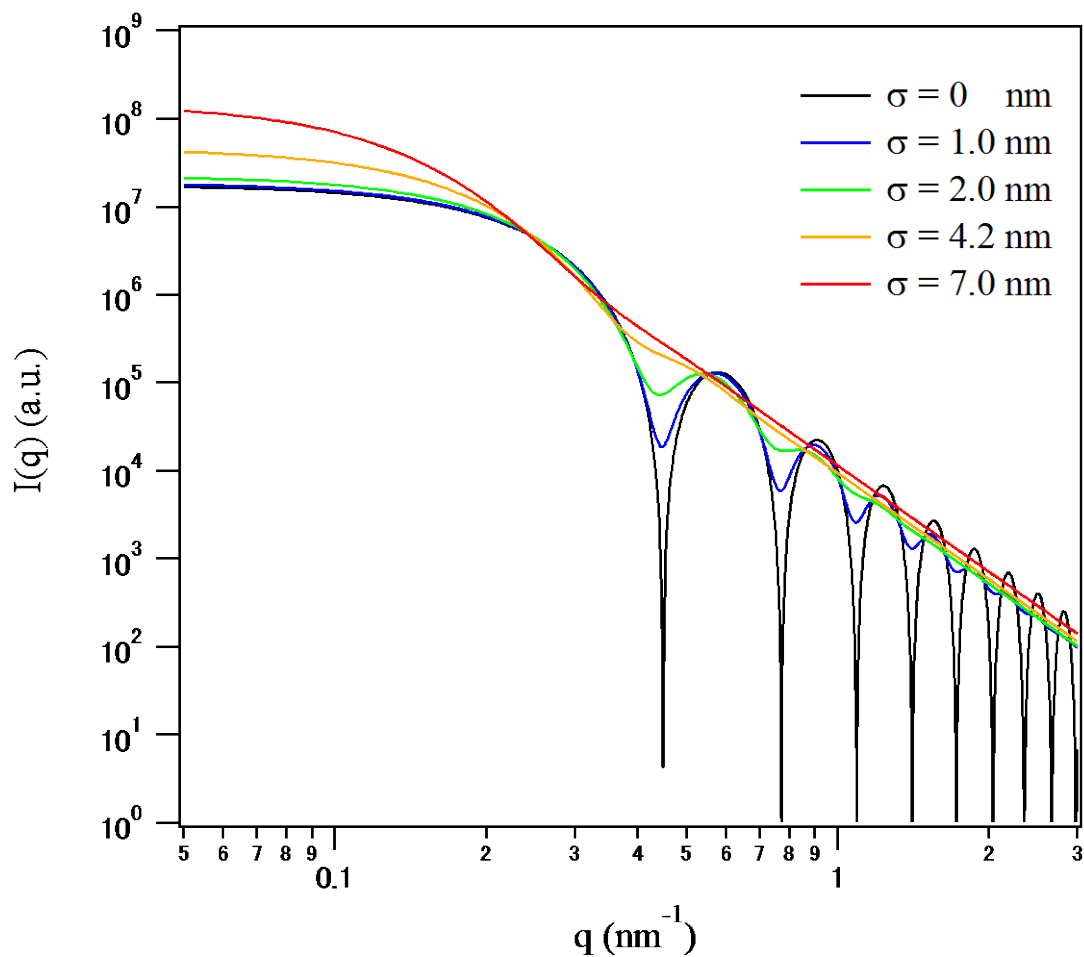
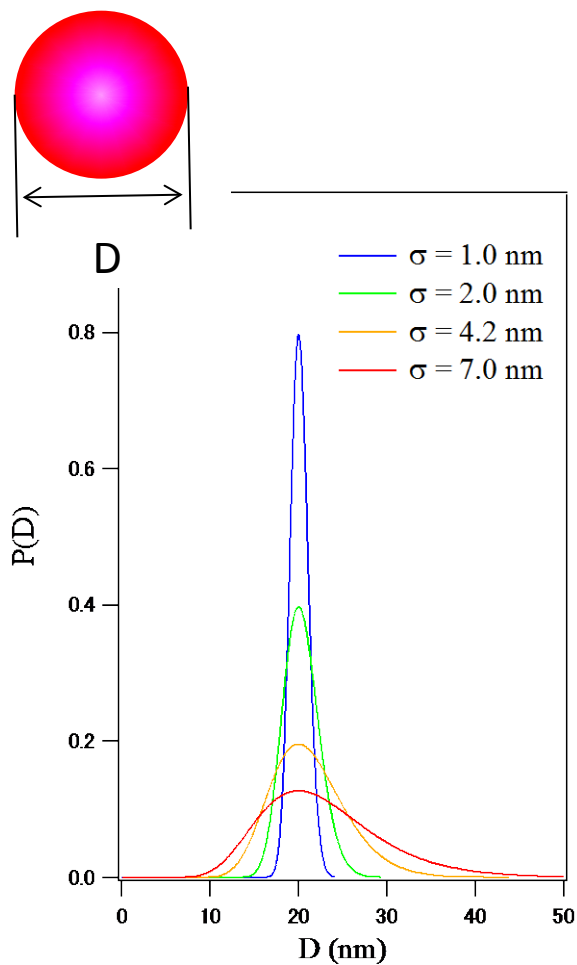
SAXSプロフィール

孤立粒子：球体の場合



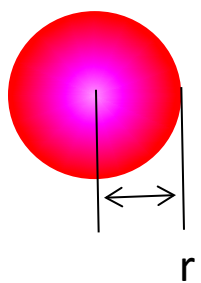
SAXSプロフィール

孤立粒子：球体／粒径に分布を持つ場合

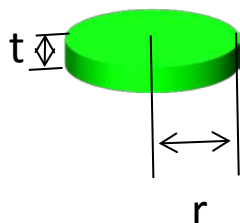


SAXSプロフィール

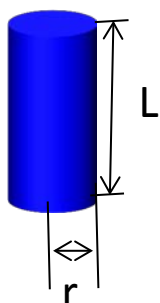
孤立粒子:いろいろな形状の違い



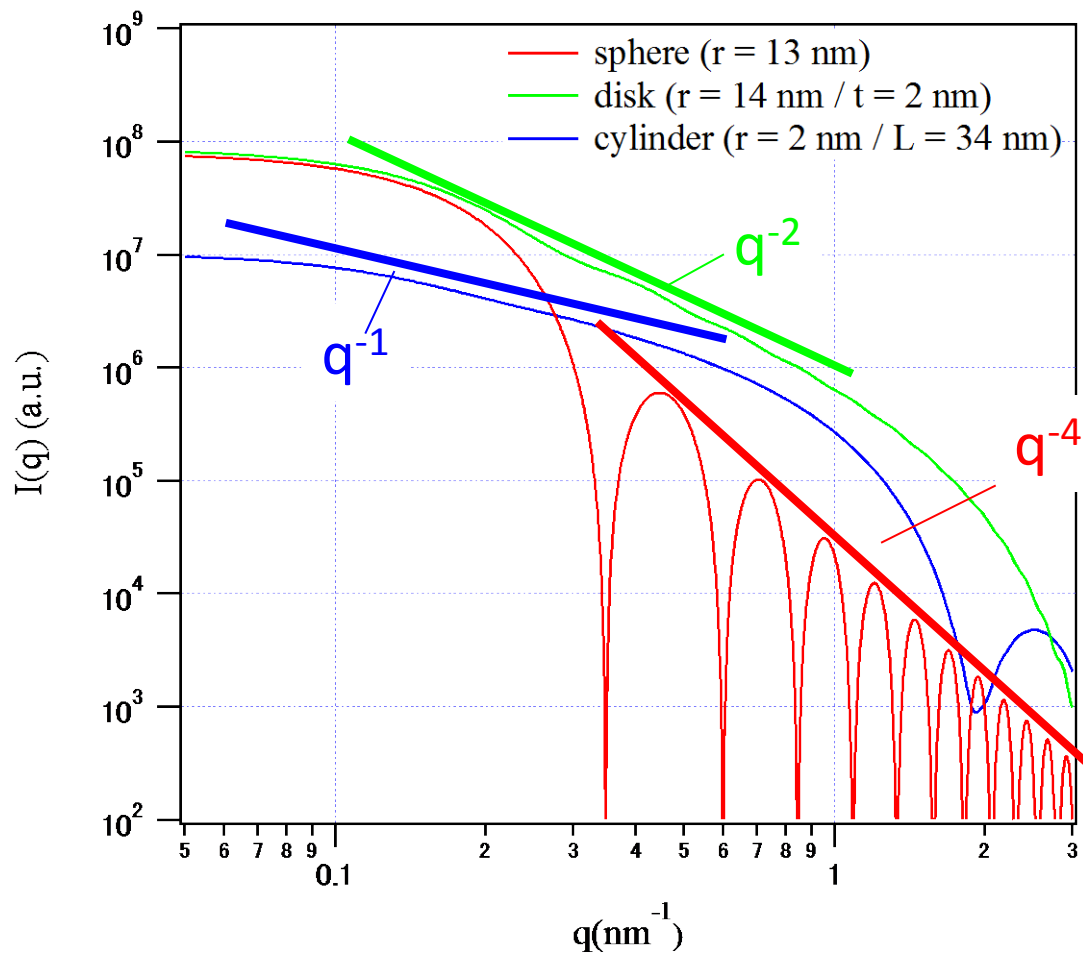
球



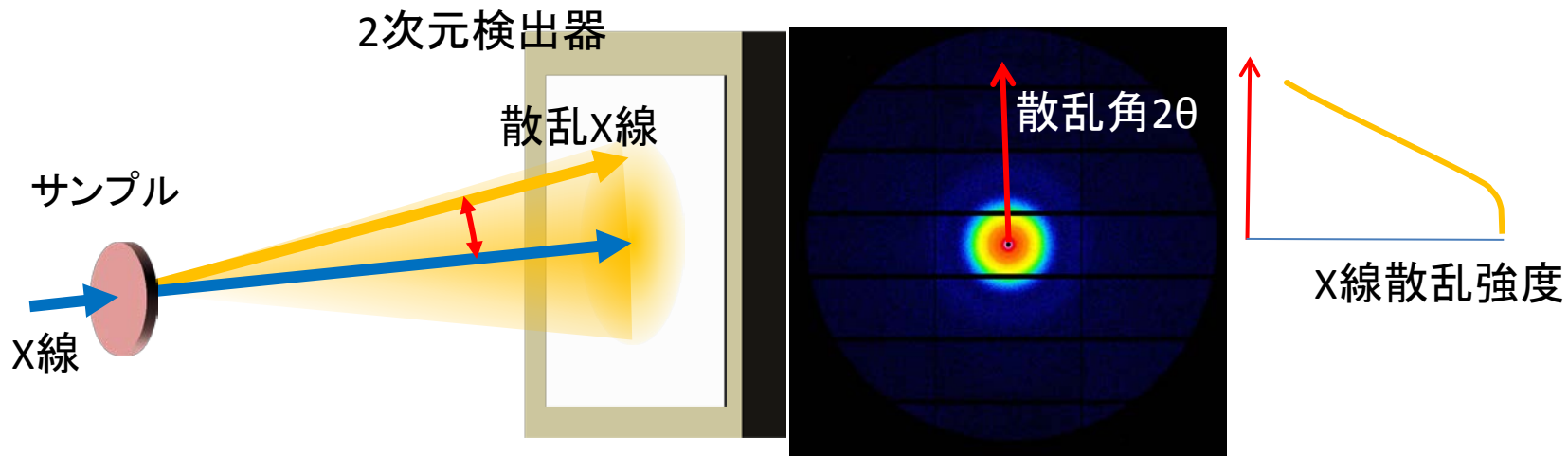
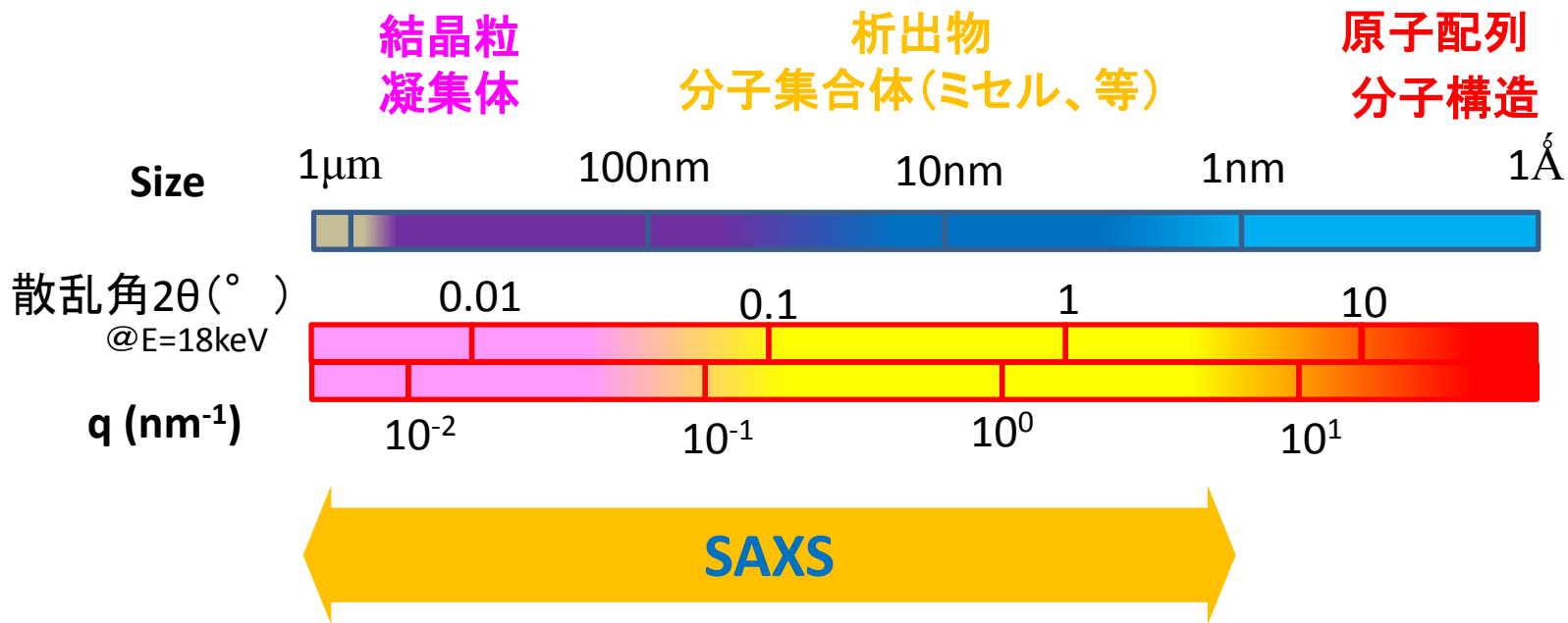
円盤



棒

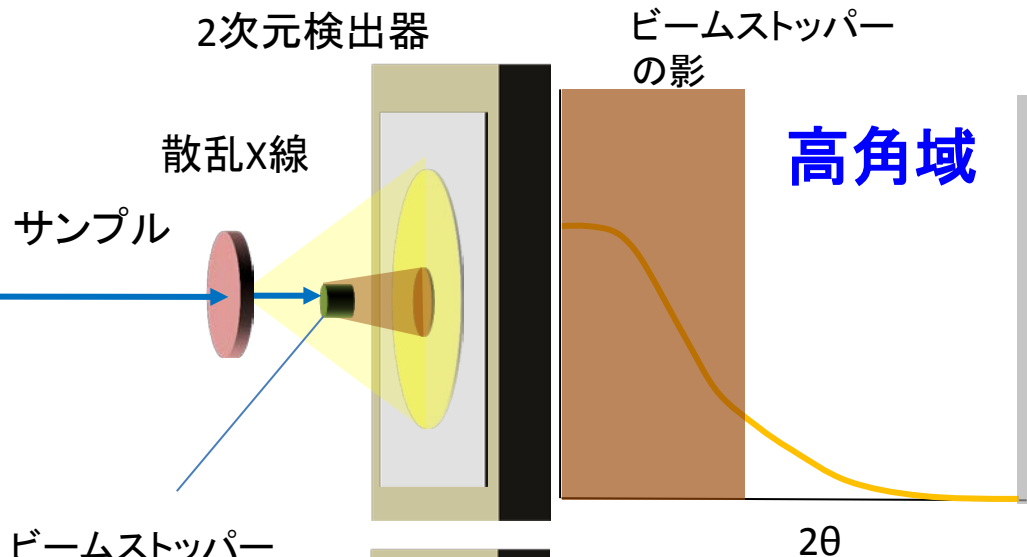


2次元検出器によるSAXSカメラ

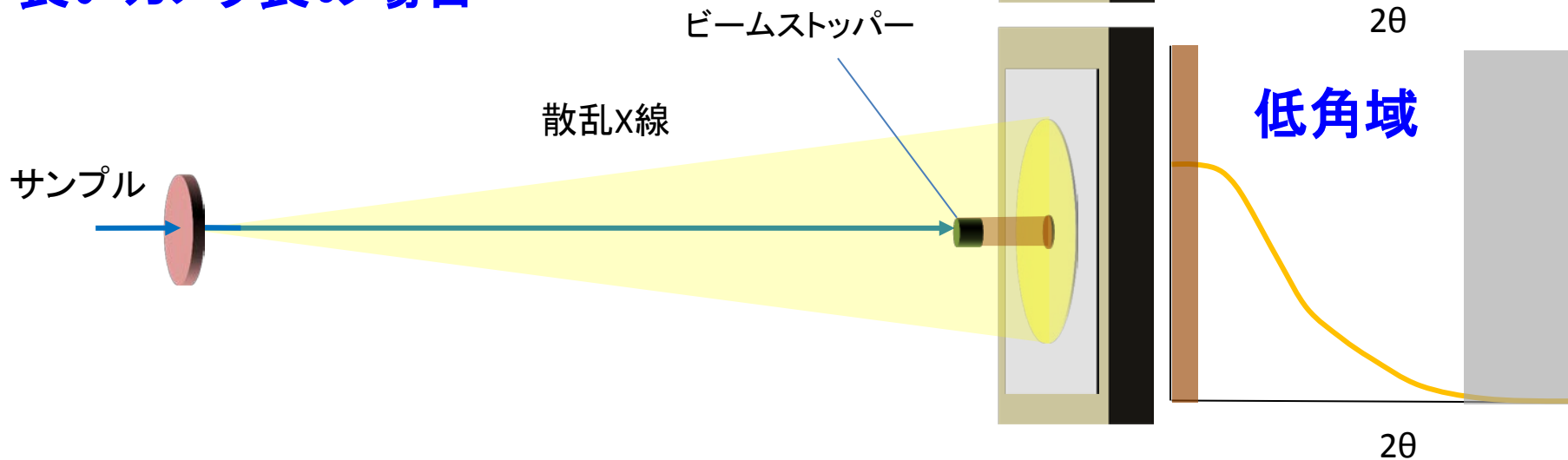


2次元検出器によるSAXSカメラ カメラ長と測定角度レンジ

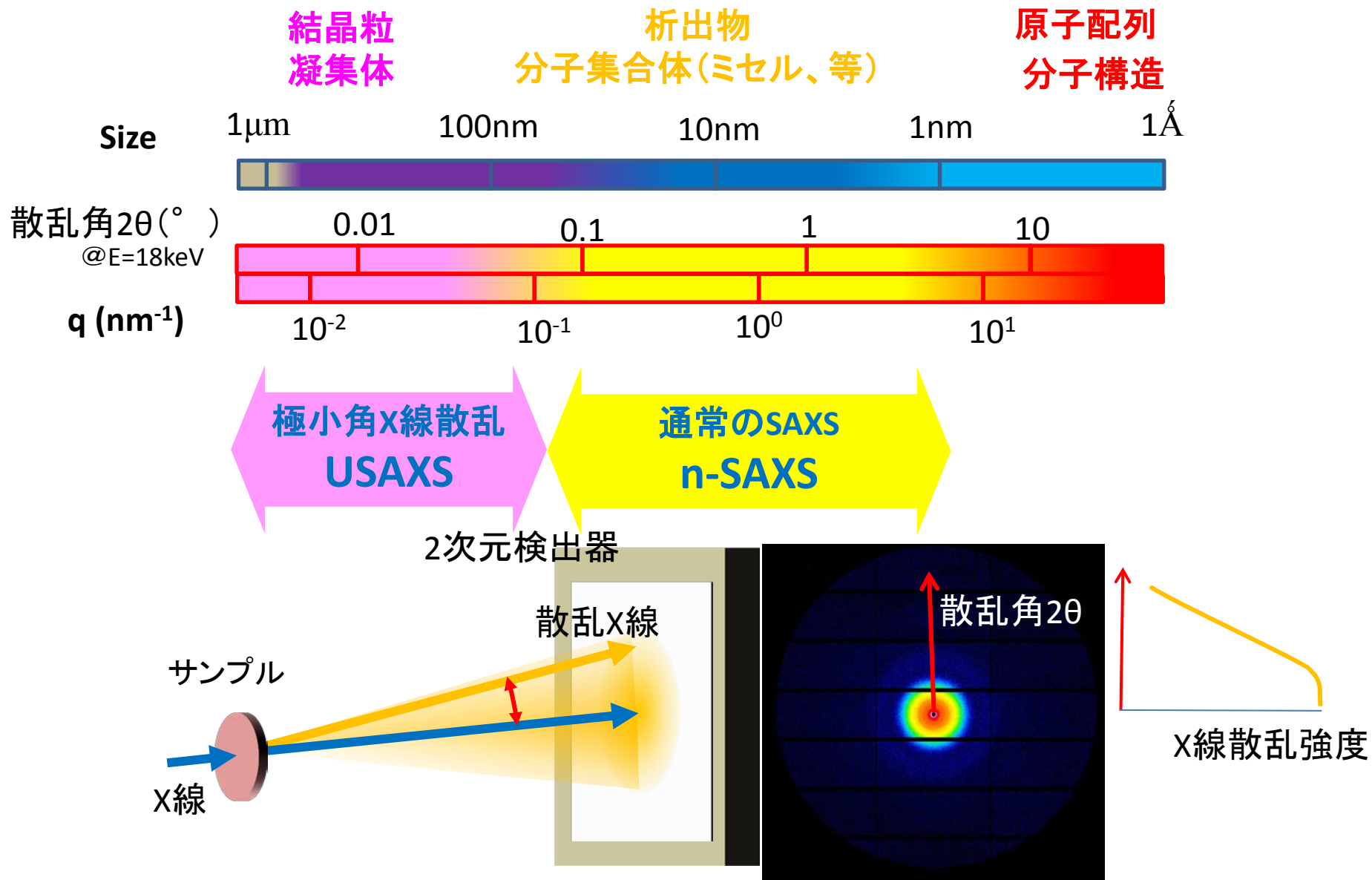
短いカメラ長の場合



長いカメラ長の場合



2次元検出器によるSAXSカメラ



1 小角X線散乱について

2 大型放射光施設SPring-8について

3 産業利用ビームライン I BL19B2について

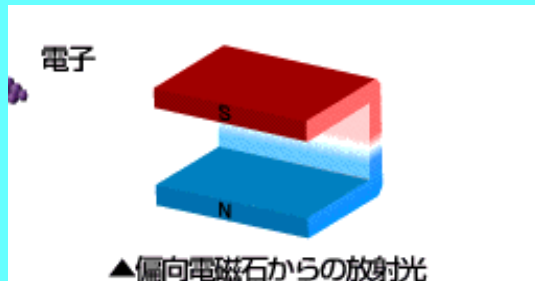
4 BL19B2小角X線散乱装置利用事例

What is 放射光?

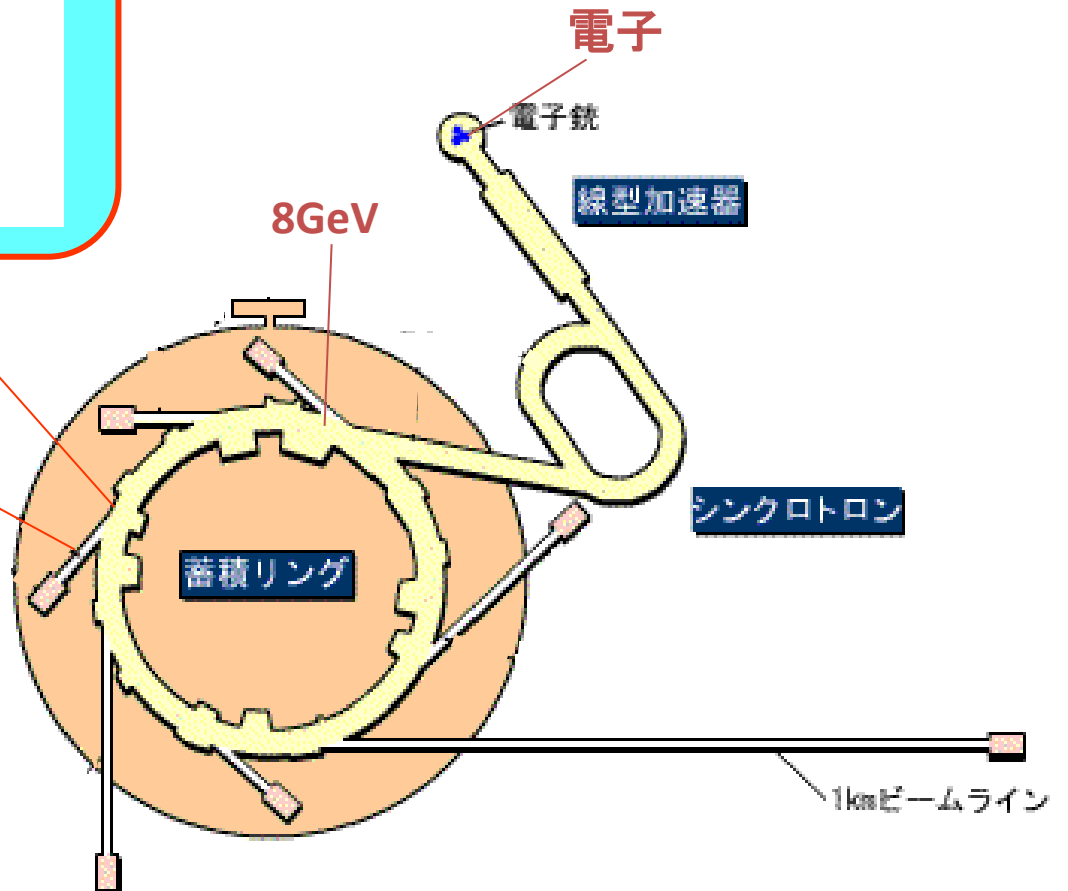
大型X線発生装置



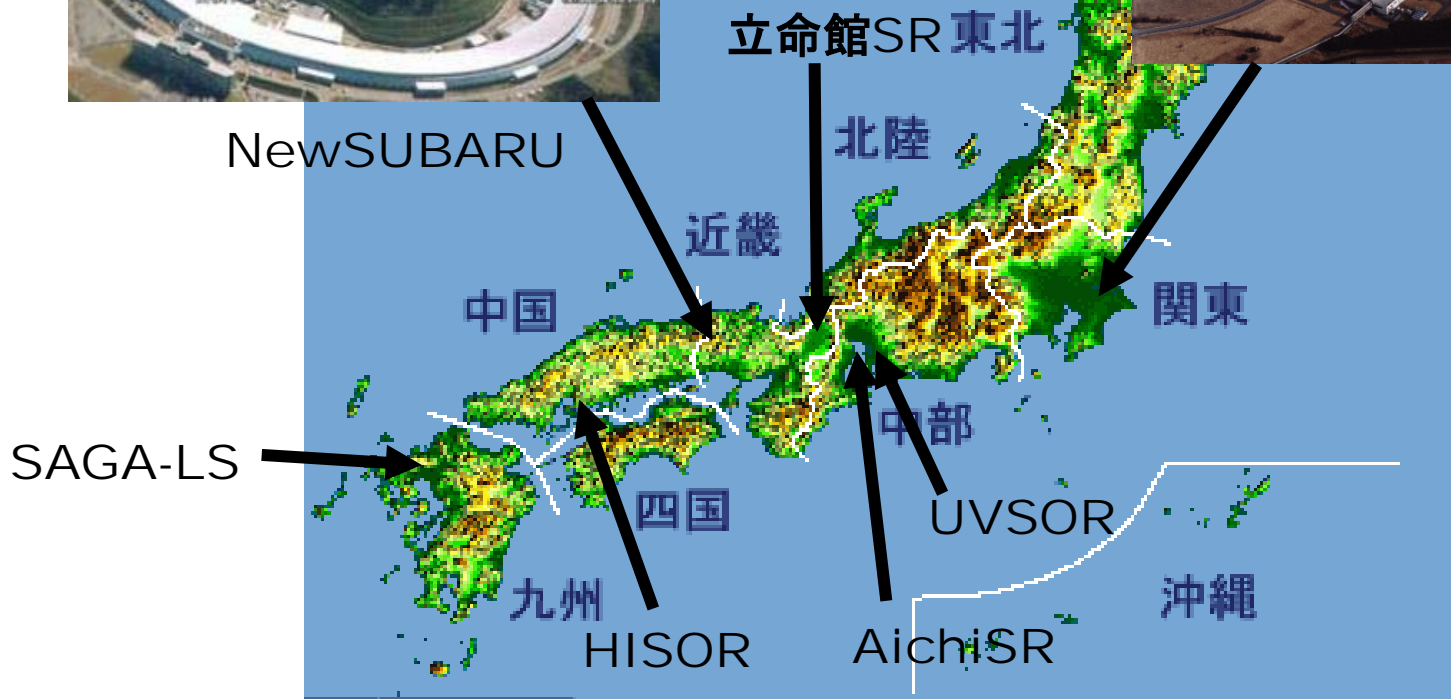
偏向電磁石 (Bending Magnet)



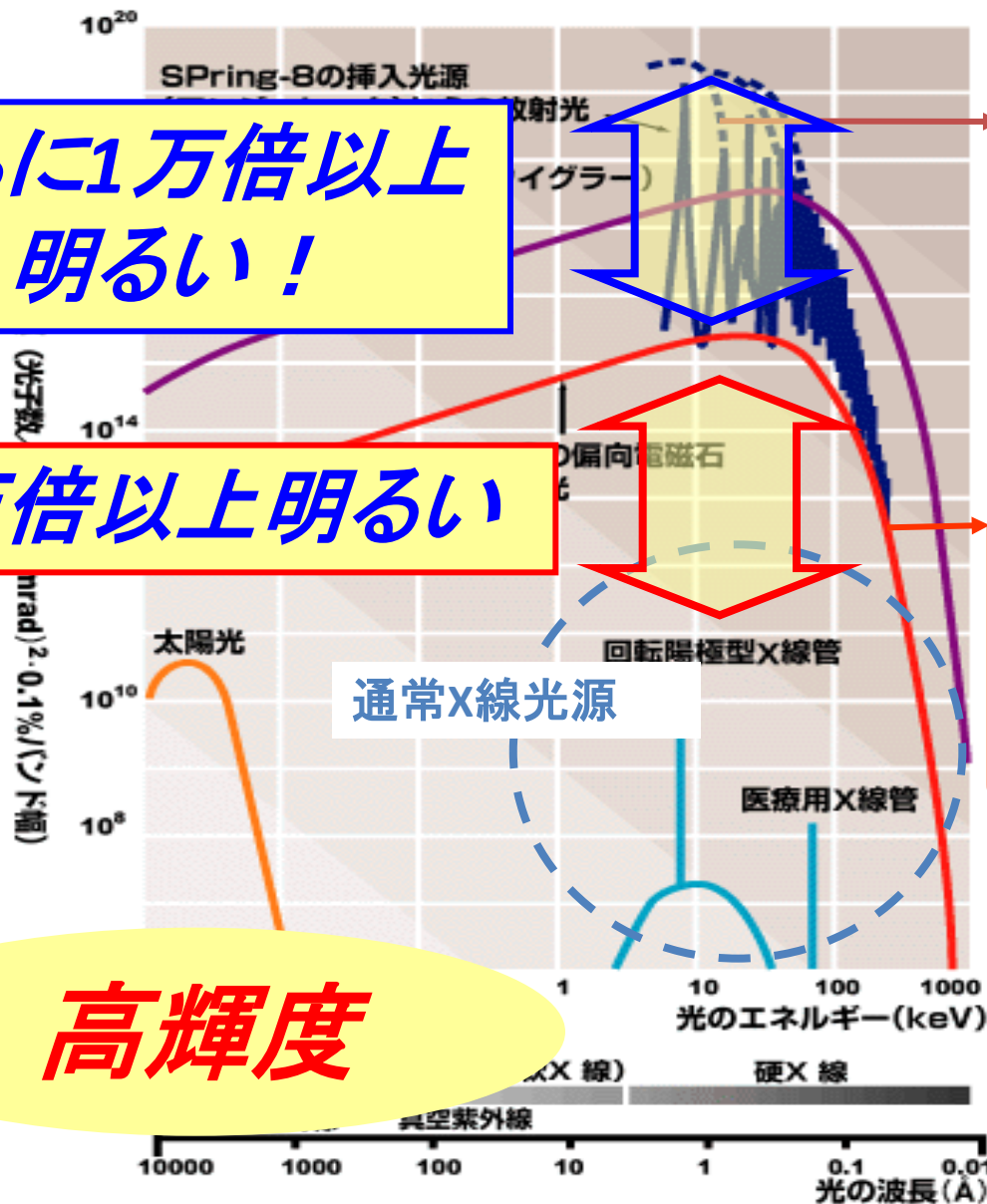
放射光



Where is 放射光?



放射光 — 実験室X線光源との比較



さらに1万倍以上
明るい！

1万倍以上明るい

高輝度

アンジュレータ光源

- ・垂直水平方向に指向性大
- ・強力X線(10000倍)
- ・準単色

▲アンジュレータからの放射光

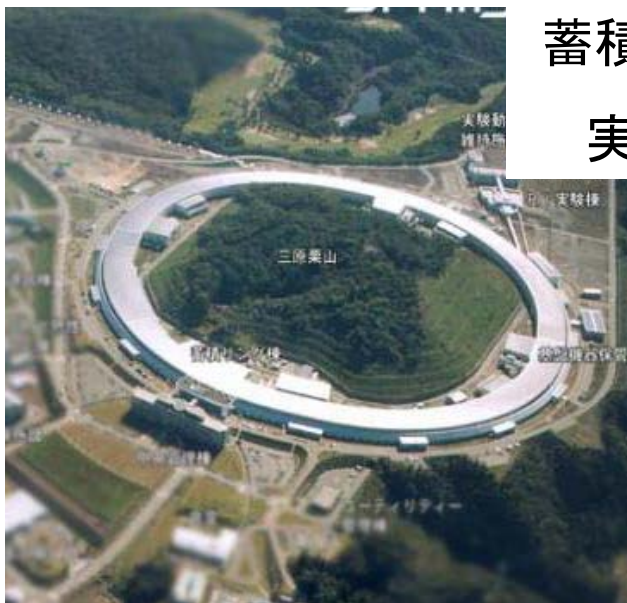
偏向電磁石 (Bending Magnet) 光源

- ・垂直方向に指向性大
- ・強力X線
- ・白色光

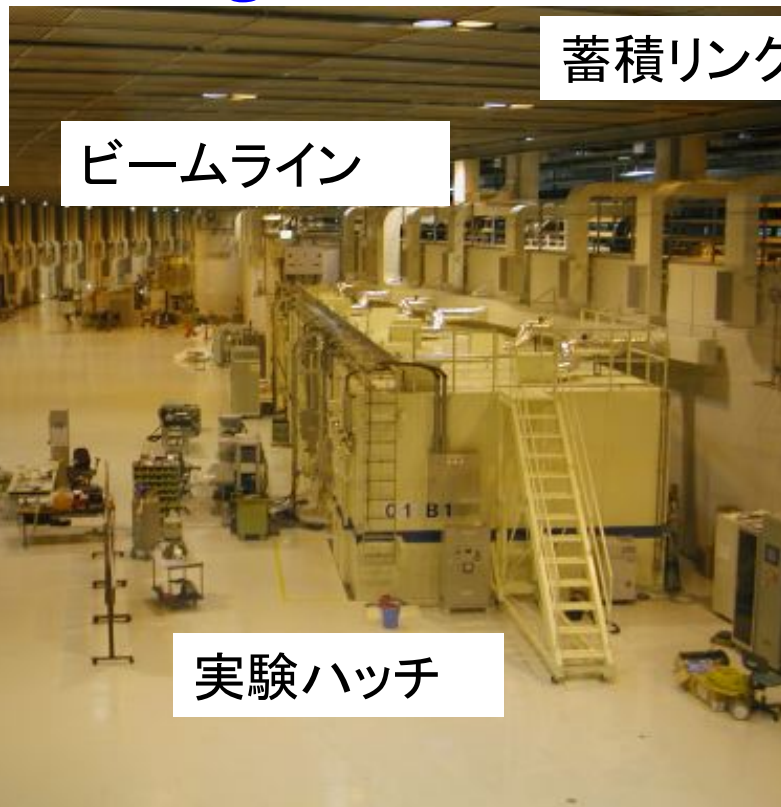
▲偏向電磁石からの放射光

- 1 小角X線散乱について
- 2 大型放射光施設SPring-8について
- 3 産業利用ビームライン I BL19B2について
- 4 BL19B2小角X線散乱装置利用事例

大型放射光施設 SPring-8



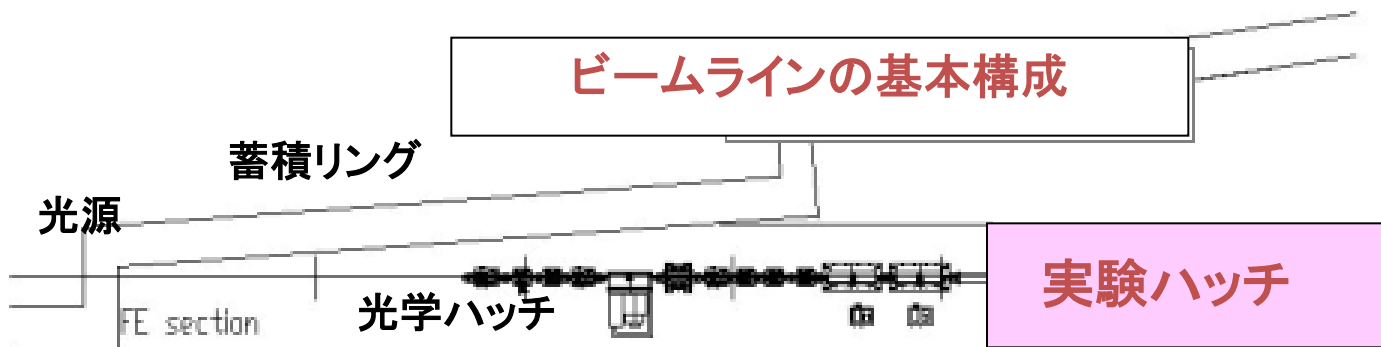
蓄積リング棟内
実験ホール



蓄積リング

ビームライン

実験ハッチ



ビームラインの基本構成

蓄積リング

光源

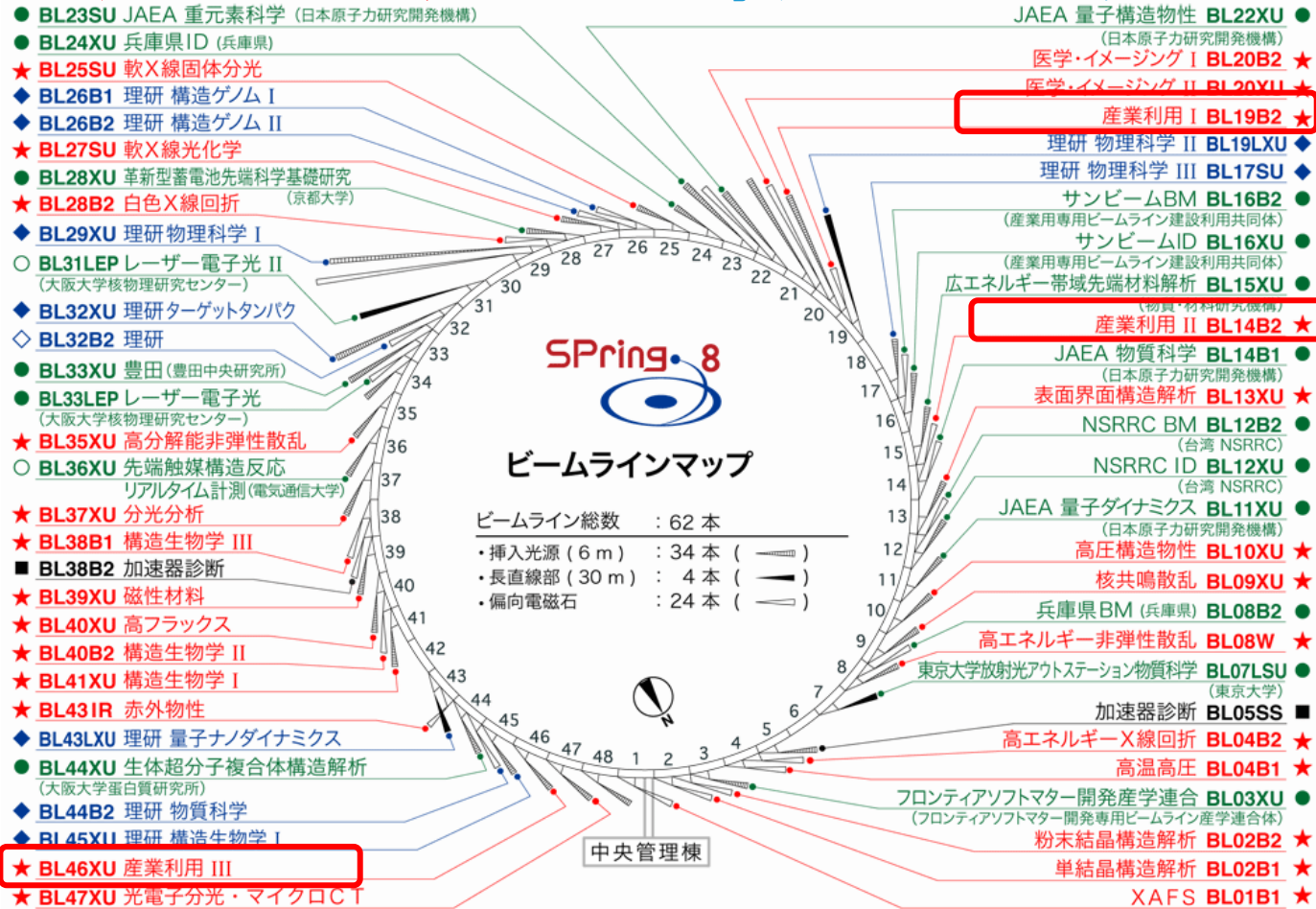
FE section

光学ハッチ

実験ハッチ

SPring-8 ビームラインマップ

共用ビームライン / 専用ビームライン



区分	数				合計
	共用	専用	理研	加速器診断	
稼動中	26	17	9	2	54
調整・建設中	0	2	1	0	3
合計	26	19	10	2	57

BL19B2: 産業利用ビームライン

光源: 偏向電磁石

X線回折(XRD)

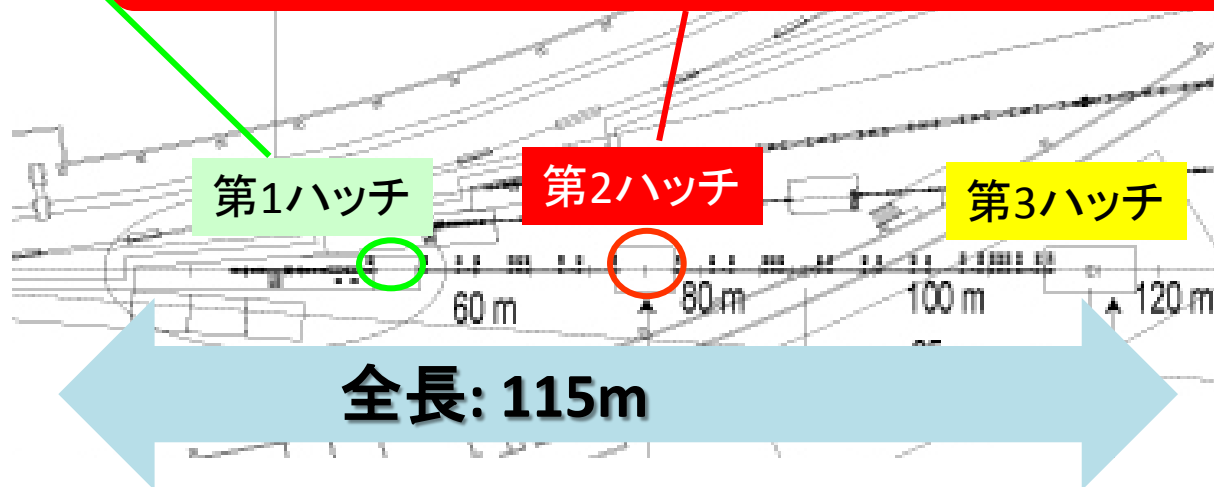
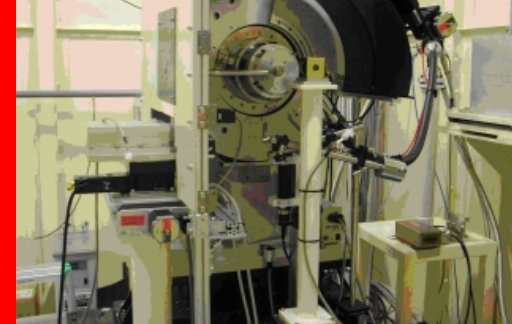
X線イメージング



多軸回折計



デバイセラーカメラ(粉末回折)

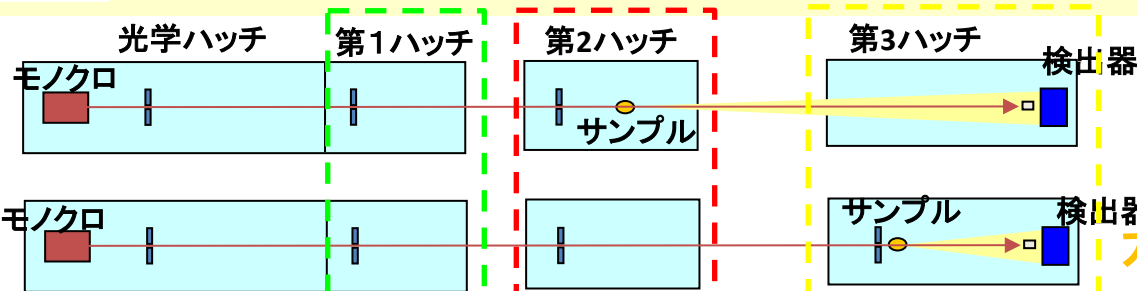


BL19B2: 産業利用ビームライン

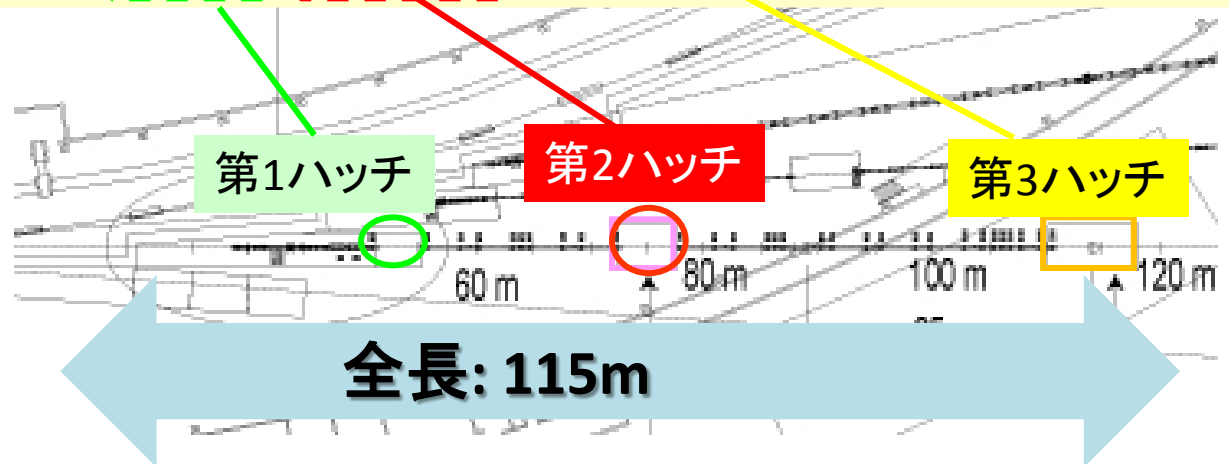
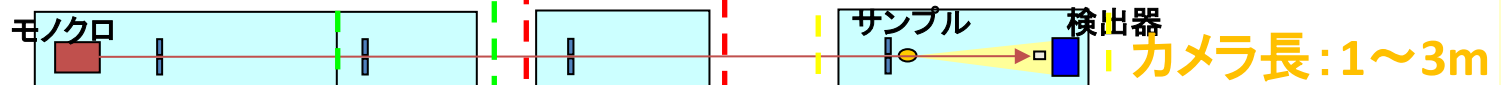
光源: 偏向電磁石 SAXSで利用可能なX線エネルギー: 15~30KeV (標準: 18 keV)

小角X線散乱

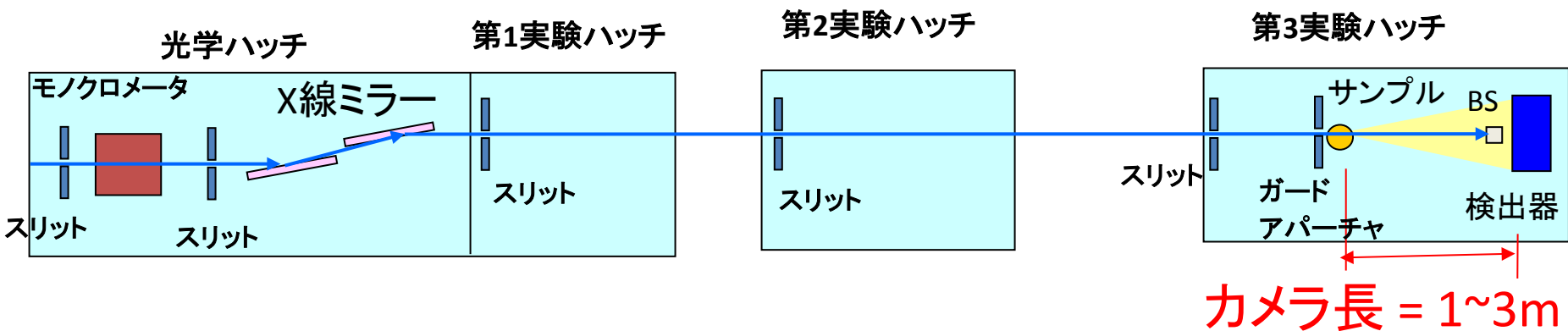
USAXS



n-SAXS



小角X線散乱装置



第3実験ハッチ

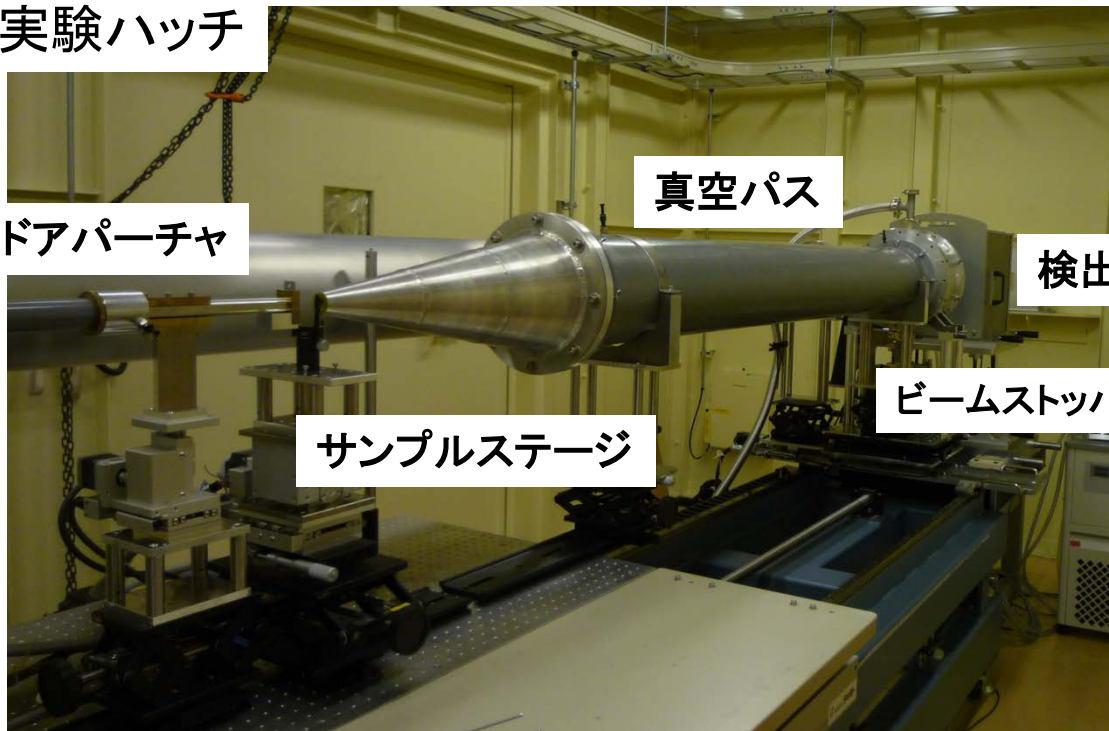
ガードアパーチャ

真空パス

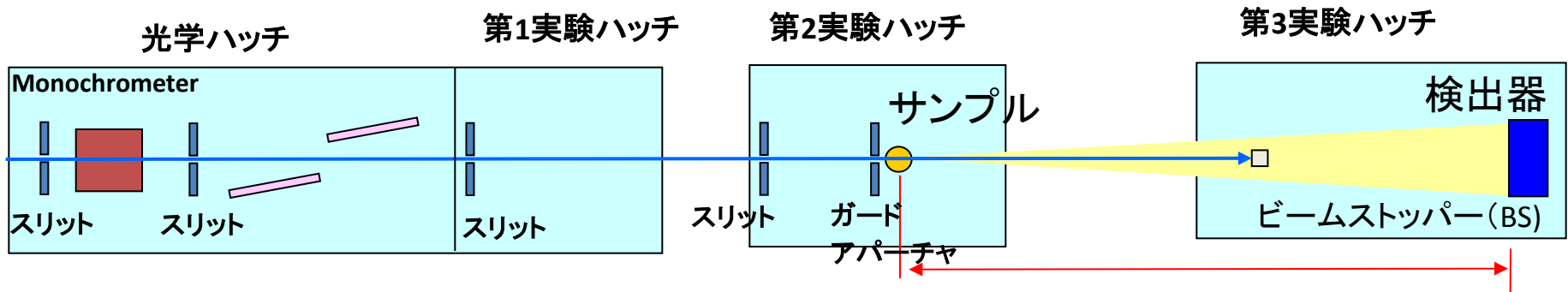
検出器

サンプルステージ

ビームストッパーチャンバー

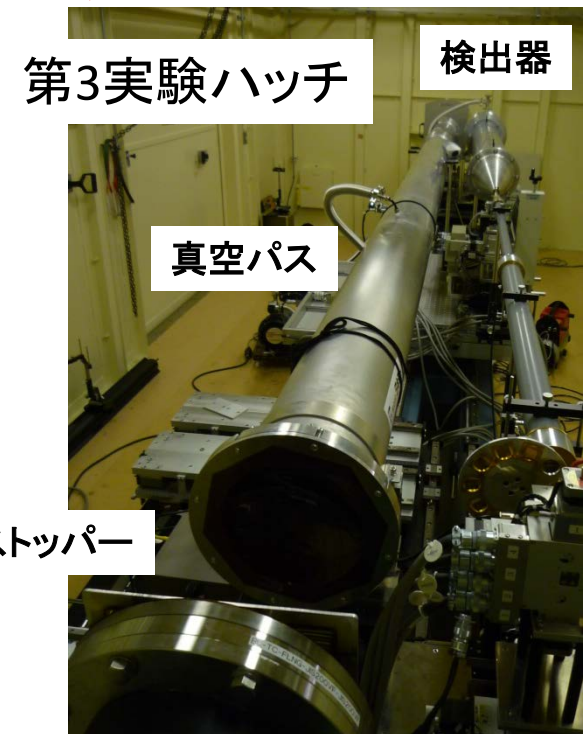
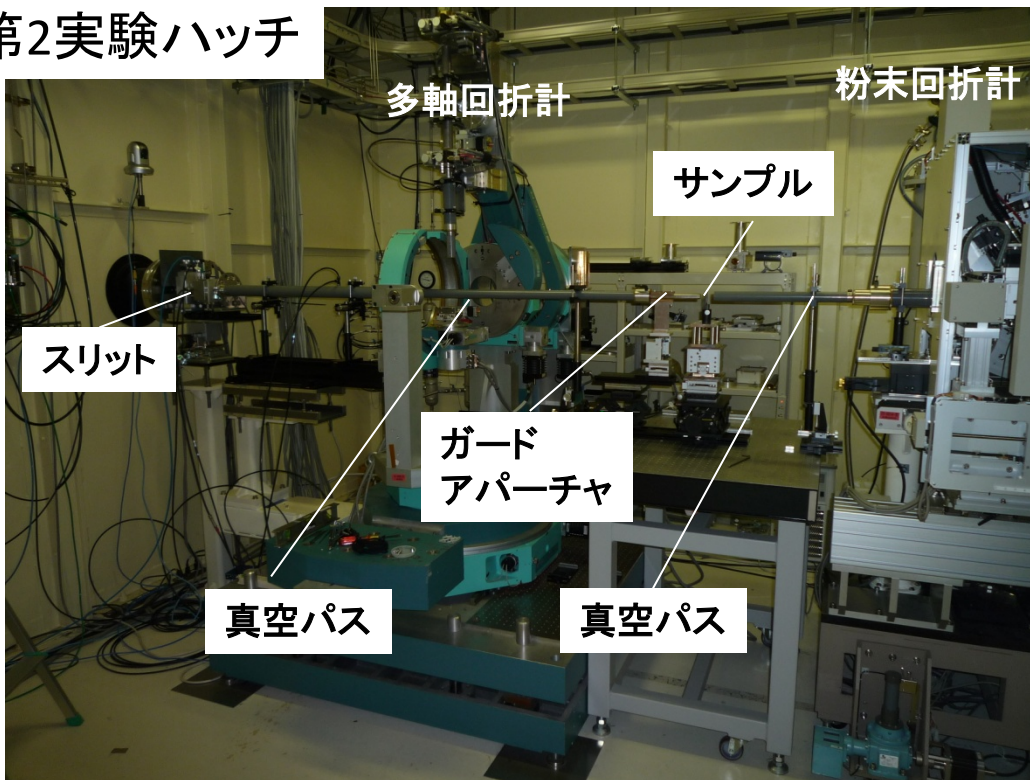


極小角X線散乱装置



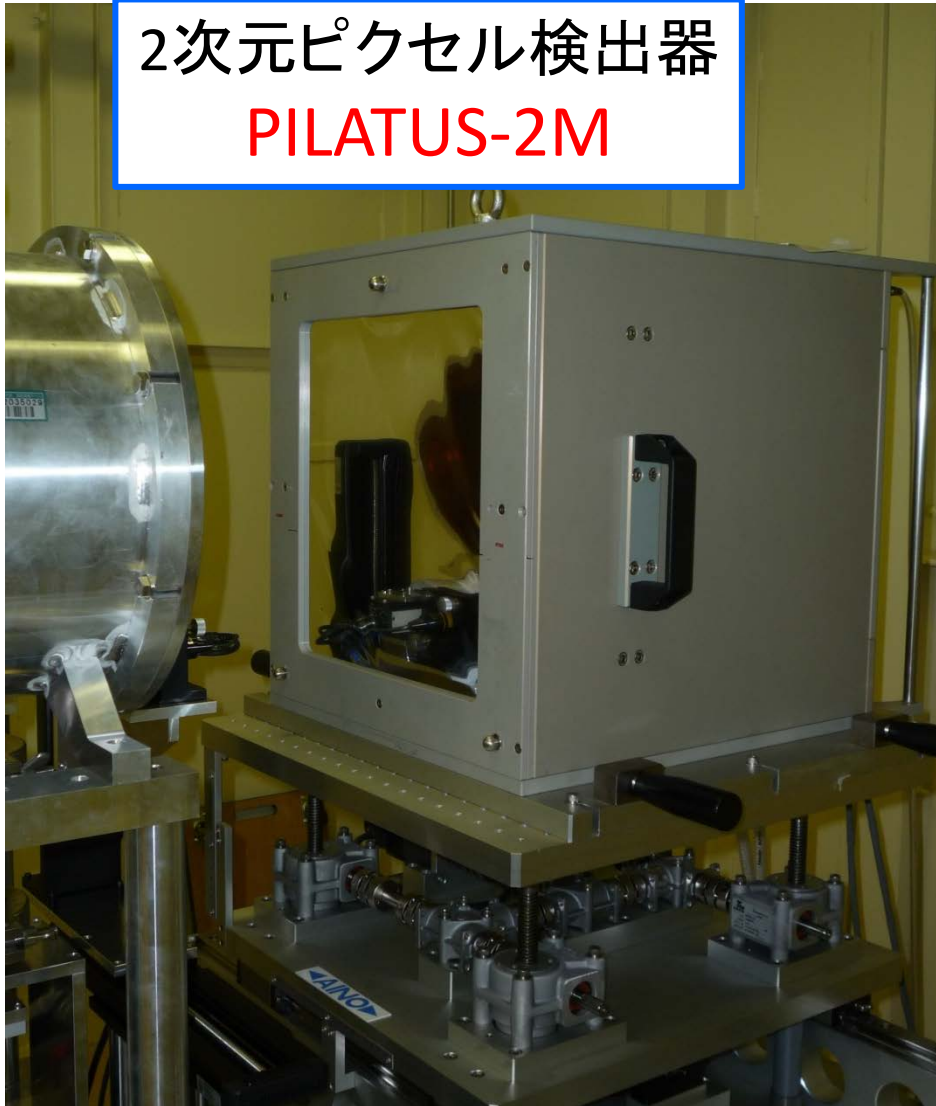
カメラ長= 約42 m

第2実験ハッチ



検出器：PILATUS2M

2次元ピクセル検出器
PILATUS-2M



特徴

シングルフォトンカウント方式

低ノイズ

20bits データ

広ダイナミックレンジ(10^6 cnts)

フレームレート= 最大200Hz

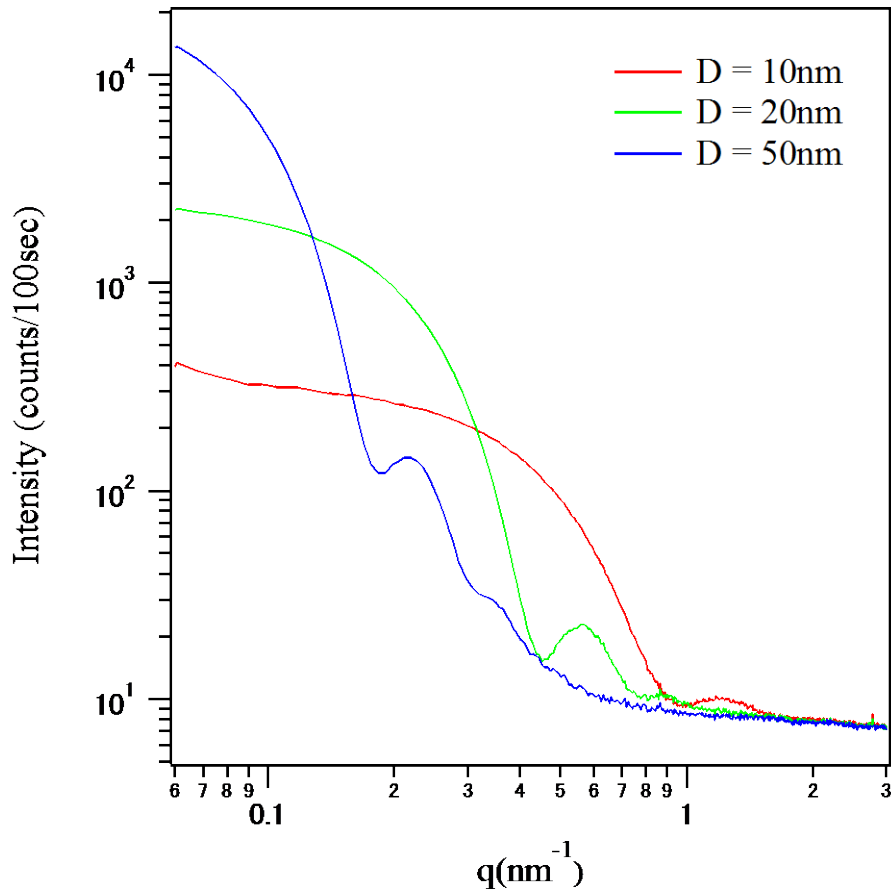
高速時分割測定

測定データ例

n-SAXS

(標準露光時間=10~100秒)

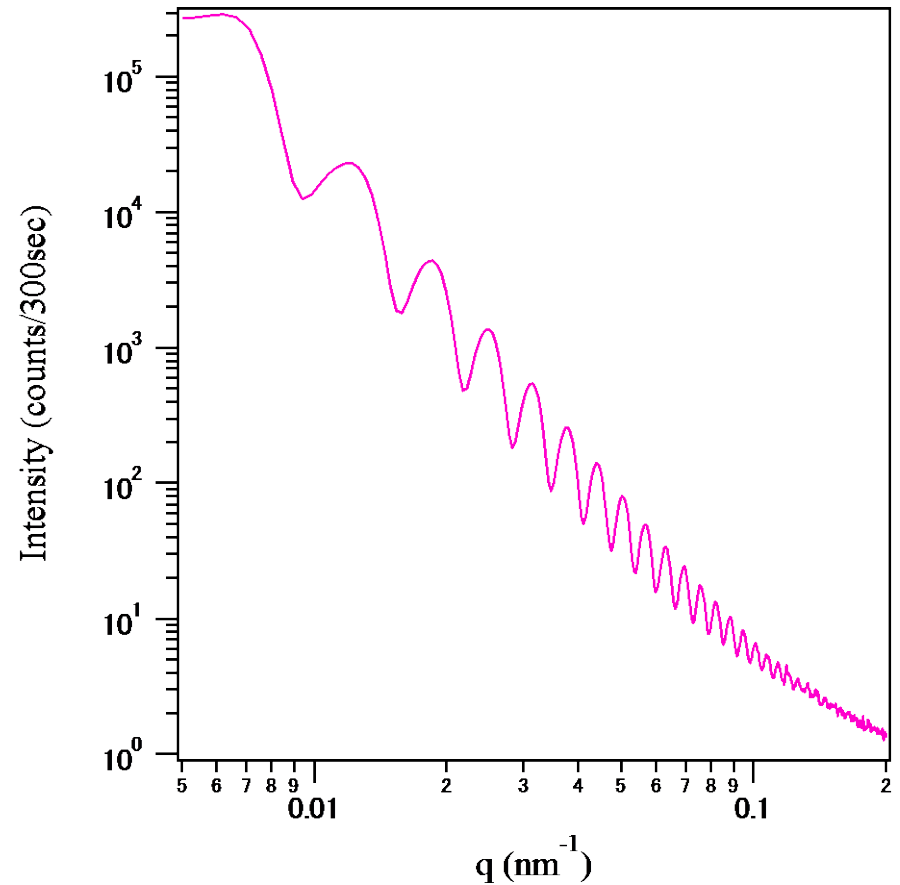
Au微粒子(粒径D=10,20,50nm)



USAXS

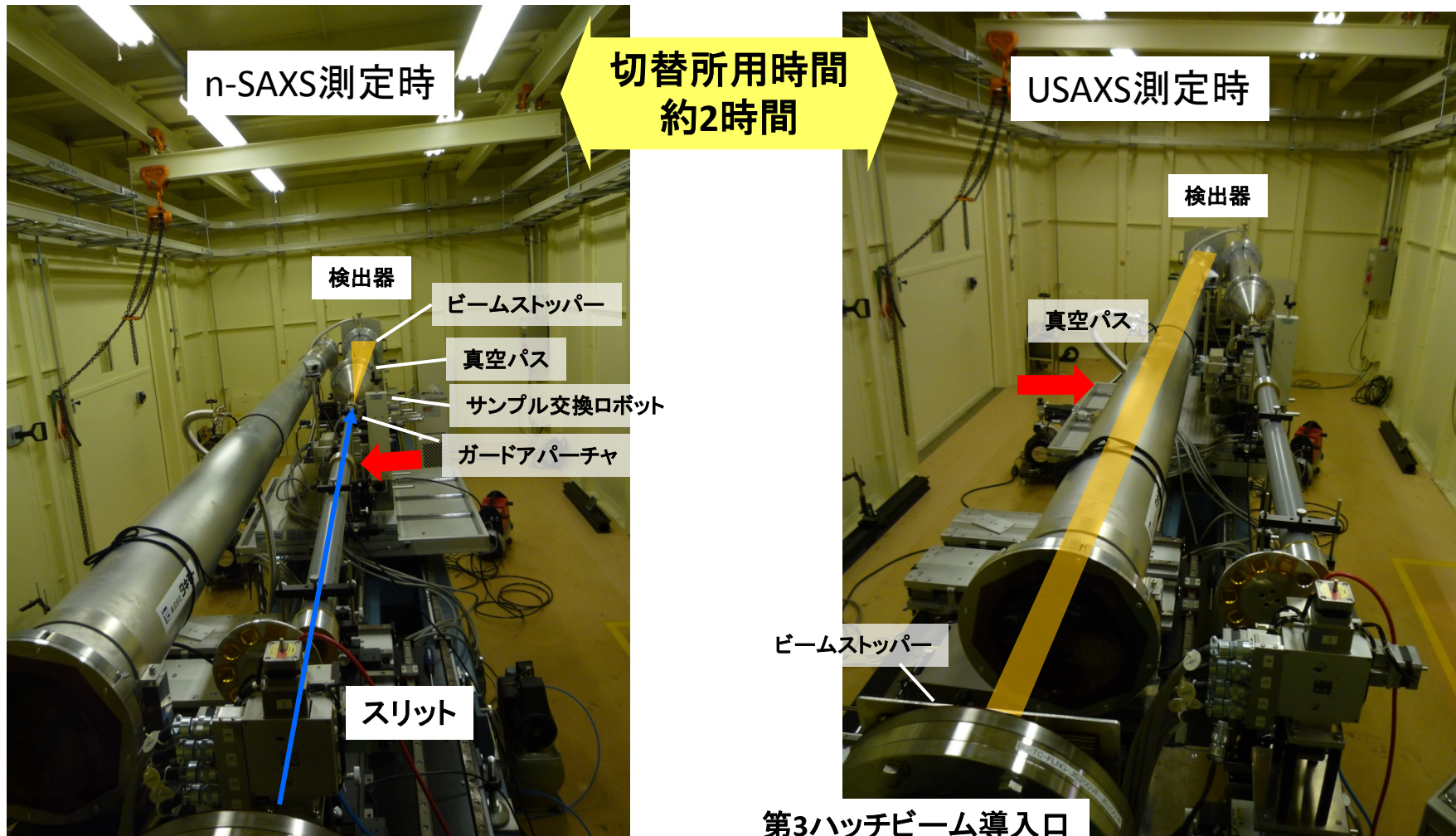
(標準露光時間=5分)

シリカ微粒子(粒径D=1μm)



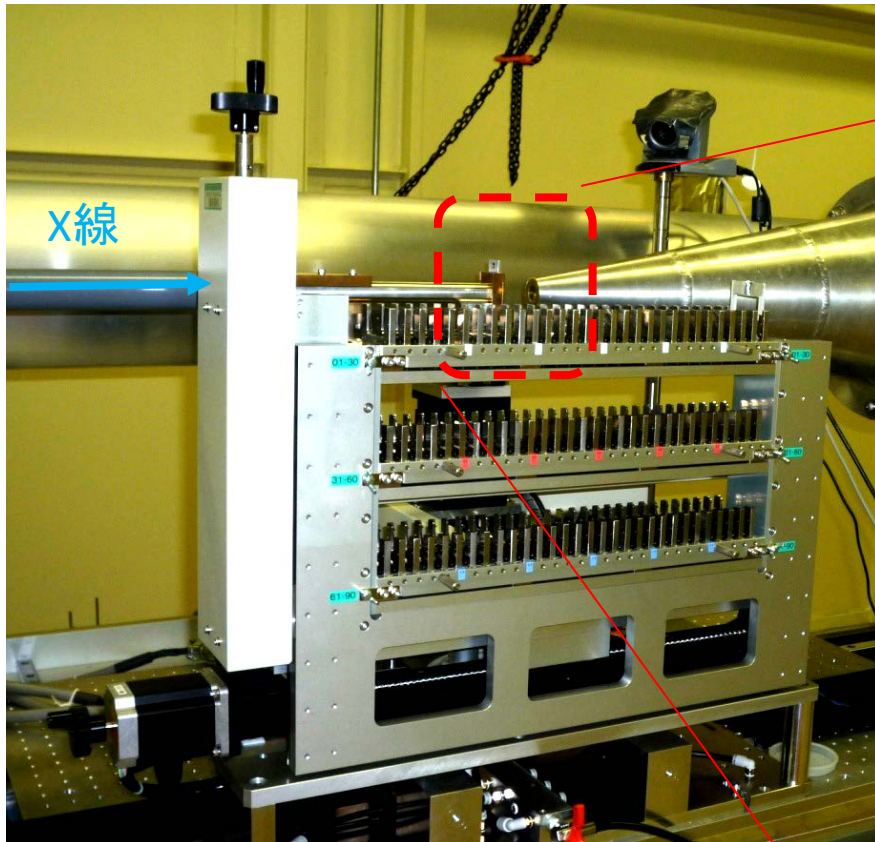
n-SAXS ⇔ USAXS の切替

第3ハッチレイアウト

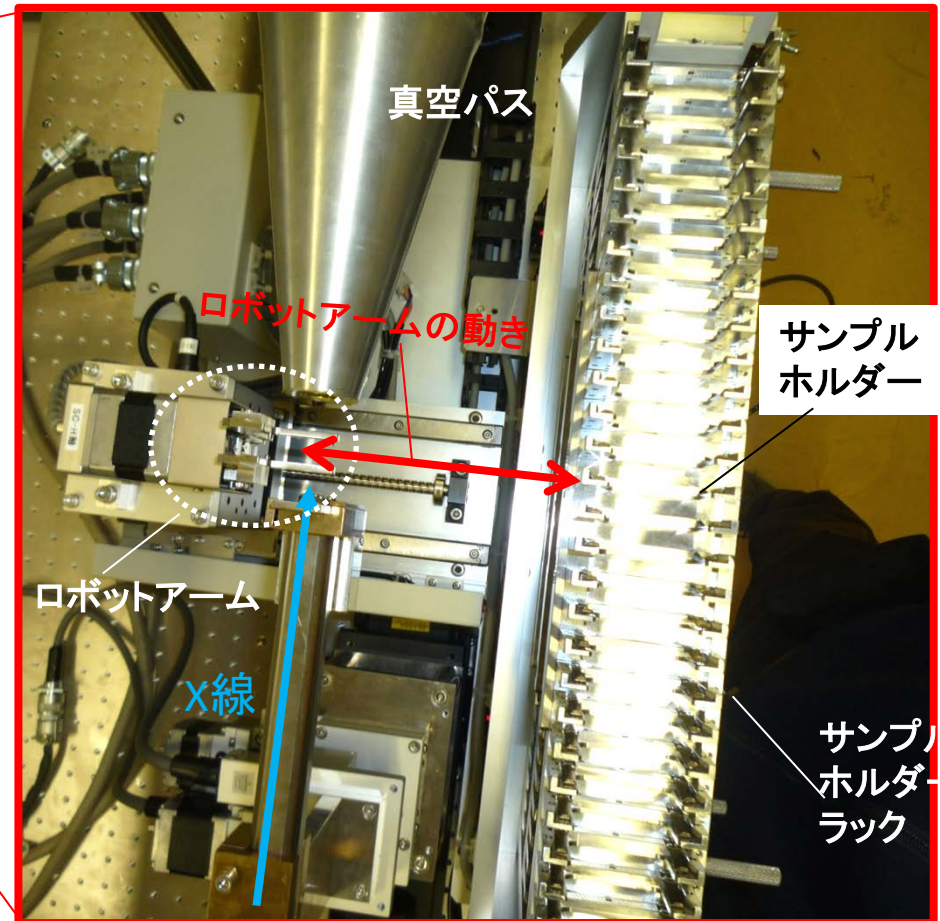


第3ハッチビーム導入口

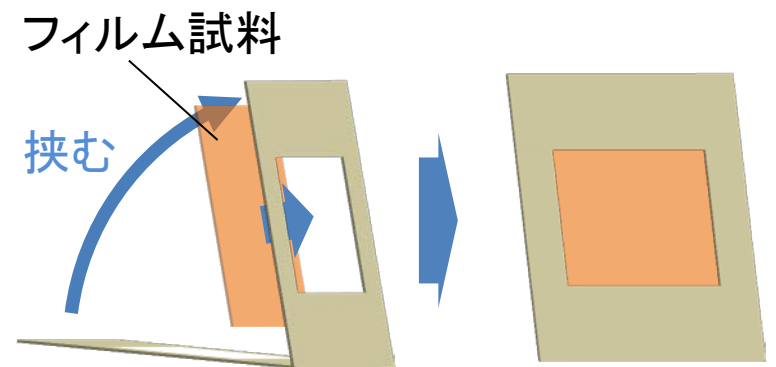
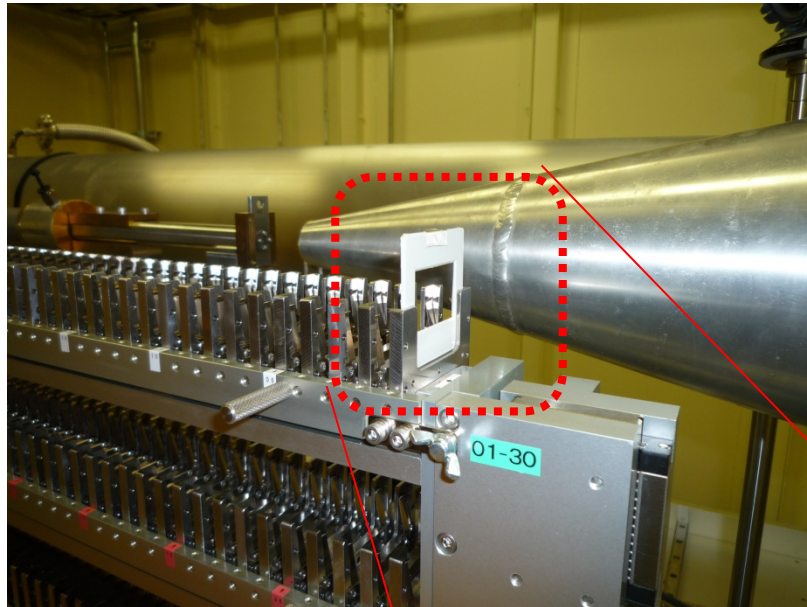
自動試料交換ロボット Hamming Bird



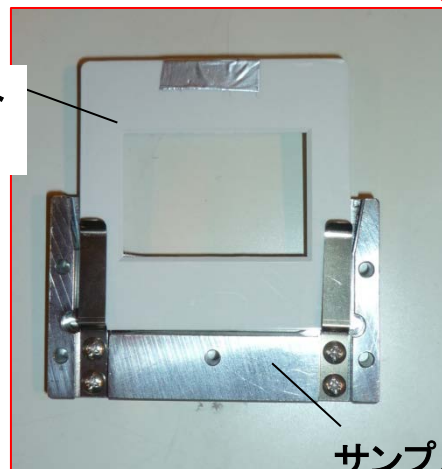
上から見た写真



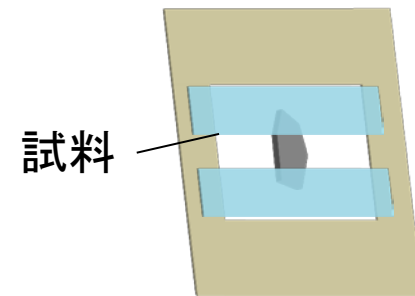
自動試料交換ロボット 試料ホルダー



35mmスライドマウント
(50 × 50mm)



サンプルホルダー



- 1 小角X線散乱について
- 2 大型放射光施設SPring-8について
- 3 産業利用ビームライン I BL19B2について
- 4 **BL19B2小角X線散乱装置利用事例**

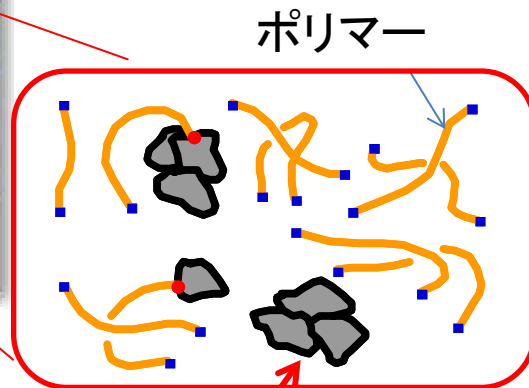
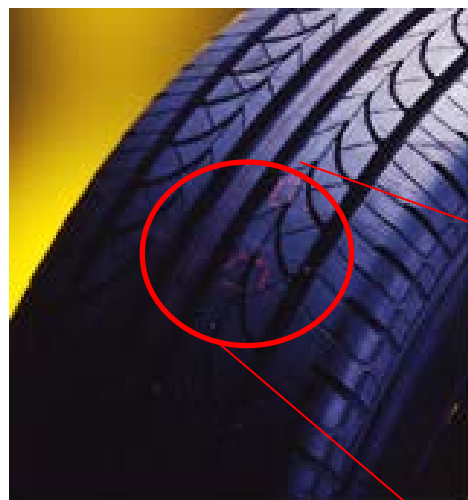


利用事例

タイヤゴム中のフィラー分散評価

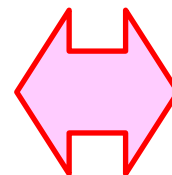
低燃費タイヤの開発

タイヤのグリップ力とヒステリシスロス(転がり抵抗)のバランス

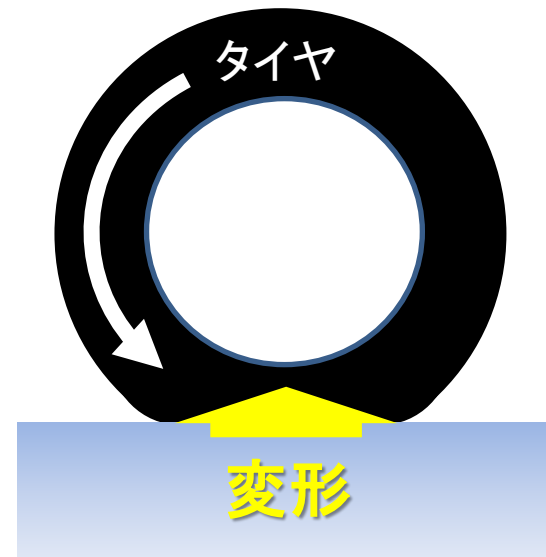


フィラー(カーボンブラック、シリカ)

フィラーの分散



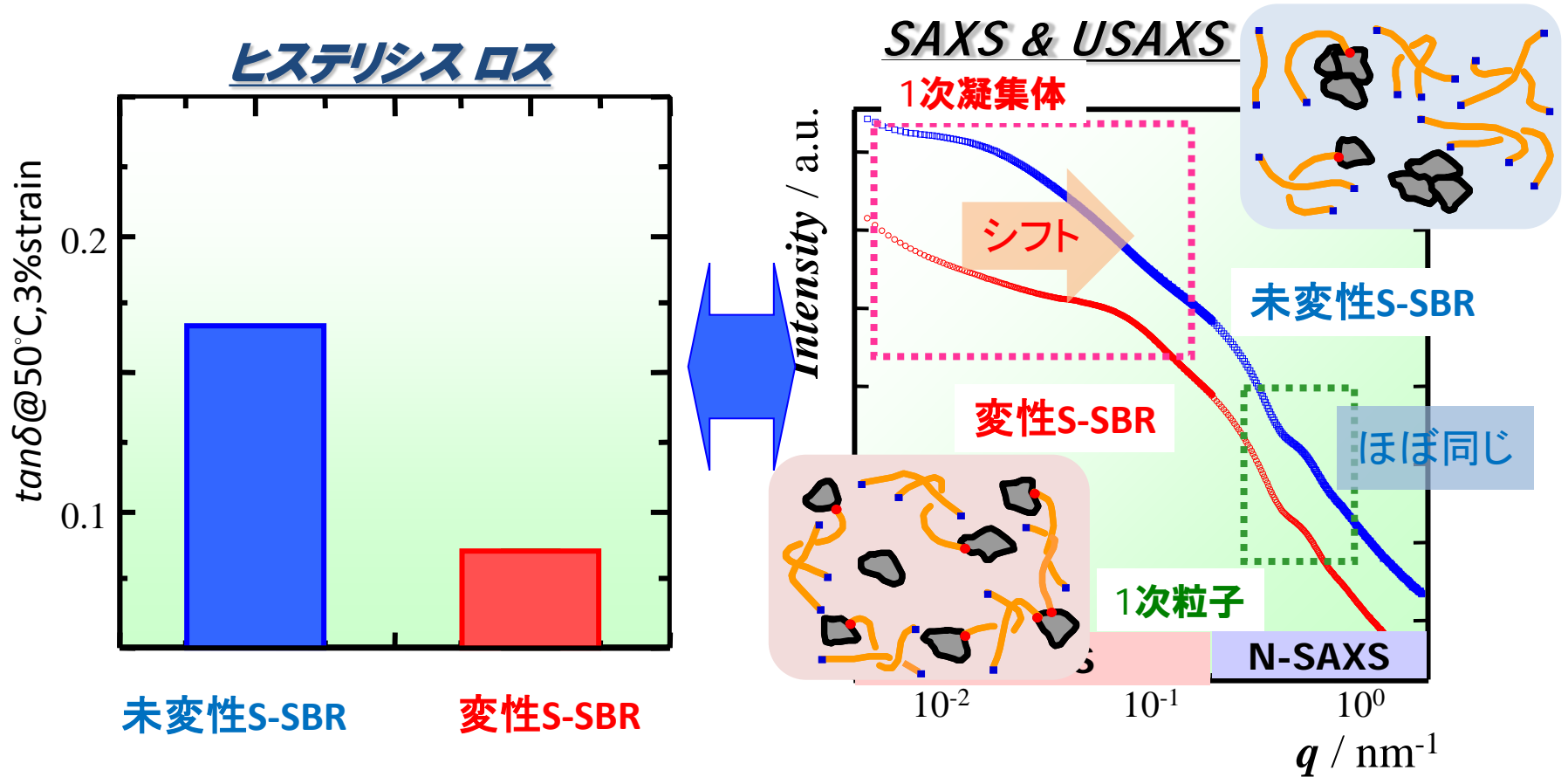
変形時の
ヒステリシスロス



タイヤゴム中フィラーの分散状態の ポリマー依存性評価

JSR株式会社 富永哲雄 他

ポリマー(S-SBR)末端に官能基を導入した改良材との比較



ヒステリシスロスの低減

凝集体の均一化・縮小化