小角散乱ラウンドロビンの検討状況・今後の計画

佐藤眞直¹、大坂恵一¹、杉山信之²、山元博子²、加藤裕和³、杉本 泰伸⁴、 上原 康²、渡辺義夫²、〇廣沢一郎¹

1(公財)高輝度光科学研究センター、²あいちシンクロトロン光センター、 ³あいち産業科学技術総合センター、⁴名古屋大学

背景

2017年2月27日 (平成28年度) 光ビームプラットフォーム合同報告会

同年度に着手したXAFSとHAXPESのラウンドロビン測定について報告

出席者(民間企業の方)からの要望

"小角散乱もラウンドロビン測定を実施して欲しい"

小角散乱の評価項目

1) 信号強度

- 2) 測定波数範囲
- 3) 有効ダイナミックレンジ
- 4) 波数分解能

小角散乱の評価項目1ダイナミックレンジ

球体(粒径 30 nm 完全単分散)の小角散乱プロファイル



波数によらずバックグラウンド一定として計算

2桁	バックグラウンド	12,2700
3桁	バックグラウンド	1,270
4桁	バックグラウンド	127

ダイナミックレンジが小さい(バックグラウンドが高い)とプロファイルが鈍る

小角散乱の評価項目2 波数分解能





波数によらず波数分解能一定として計算

波数分解能が悪い(広い)とプロファイルが鈍る

測定試料

サンプル:Auコロイド溶液

(Sigma -Aldrich製)

平均粒子径(nm)	粒子数濃度(particles/mL)	1粒子あたりの溶媒体積半径 (nm)	測定
5	5.5e13	163	SAXS
10	5.98e12	342	SAXS
20	6.54e11	715	SAXS
30	1.79e11	1100	SAXS
100	3.84e9	3960	USAXS
200	1.9e9	5010	USAXS

 $3 \times 5 \text{ mm}$ 厚さ3mm







測定実施日と測定条件

施設	BL	実験条件	日時
SPring-8	BL19B2	USAXS X線エネルギー = 18 keV カメラ長 = 40840 mm カメラ長較正用試料:コラーゲン SAXS X線エネルギー = 18 keV カメラ長 = 3045 mm カメラ長較正用試料:ベヘン酸銀 検出器:PILATUS2M	2018年8月2日
AichiSR	BL8S3	SAXS X線エネルギー = 13.5 keV カメラ長 = 4016 mm カメラ長較正用試料:コラーゲン 検出器:PILATUS100K	2018年11月16日

SPring-8 BL19B2 USAXS



X線エネルギー = 18 keV カメラ長 = 40840 mm (40.840 m) 検出器:PILATUS2M

あいちSR BL8S3

AichiSR BL8S3





X線エネルギー = 13.5 keV カメラ長 = 4016 mm 検出器:PILATUS100K

あいちSR BL8S3 SAXS Au 30 nm



X線エネルギー = 13.5 keV カメラ長 = 4016 mm 検出器:PILATUS100K

1/243希釈までAuの信号を観測

SPring-8 BL19B2 SAXS



X線エネルギー = 18 keV カメラ長 = 3045 mm (3.045 m) 検出器:PILATUS2M



SPring-8 BL19B2 SAXS Au 30 nm



X線エネルギー = 18 keV カメラ長 = 3045 mm (3.045m) USAXSの約1/13 検出器:PILATUS2M

1/729希釈までAuの信号を観測

BL8S3とBL19B2 のバックグラウンド比較



BL19B2 (SPring-8) の方が半桁程度、バックグラウンドが低い

BL83(AichiSR) はバックグラウンドの改善でダイナミックレンジが広がる可能性あり

BL8S3とBL19B2の波数分解能比較



顕在的な分解能の差は見られない



装置の波数分解能が粒径 30 nm 分散幅10%に与える影響の検討



0.05 nm⁻¹ よりも良い場合は評価困難?



粒径分布が大きい試料(標準偏差20%)での波数分解能の検討



検出強度の対数値の波数微分

 $d(\ln(D))/dq = (dD/dq)/D$

検出強度の対数値の波数微分

分解能が良いほど、振幅が大きい

BL8S3とBL19B2 波数分解能の比較

10 5 0 -5 -10 -15 -20 -25 - BL19B2 -30 BL8S3 -35 -40 0.2 0.3 0.5 0 0.1 0.4 0.6 0.7 0.8 0.9

検出強度の対数値の波数微分の比較

0.3 nm⁻¹付近の極大値と極小値の差

BL19B2 39.8 BL8S3 39.6

SAXS域での波数分解能は同じ

BL8S3とBL19B2 波数分解能の比較





最後に

BL8S3 バックグラウンド低減でダイナミックレンジ向上が期待 2/26のRRの検討で低減の端緒を見出す

SAXS域での波数分解能はBL8S3とBL19B2で違いがない







SPring-8 BL19B2

装置係数 = 17.07691 (cnts/sec)/cm⁻¹





結果:空気散乱のBG比較





半径Rの球体のform factor (小角散乱)

 $F(q)=4\pi R^{3}{\sin(qR)-(qR)\cos(qR)}/(qR)^{3}$

 $|F(q)|^{2} = 16\pi^{2}R^{6}\{\sin^{2}(qR) - 2(qR)\sin(qR)\cos(qR) + (qR)^{2}\cos^{2}(qR)\}/(qR)^{6}$ $|F(q)|^{2} = 16\pi^{2}\{\sin^{2}(qR) - 2(qR)\sin(qR)\cos(qR) + (qR)^{2}\cos^{2}(qR)\}/q^{6}$ $|F(q)|^{2} = 8\pi^{2}\{1 - \cos(2qR) - 2qR\sin(2qR) + (qR)^{2}(1 + \cos(2qR))\}/q^{6}$

$$F(q)=4\pi R^{3} \{ \sin(qR)-(qR)\cos(qR) \}/(qR)^{3} \text{ において}$$
体積 V = $4\pi R^{3}/3$ より
F(q)=3V { $\sin(qR)-(qR)\cos(qR) \}/(qR)^{3}$
{ $\sin(x)-x\cos(x) \}/x^{3} \epsilon_{x} <<1 \text{ としてx} 03 次まで展開$
{ $\sin(x)-x\cos(x) \}/x^{3} = \{(x-x^{3}/6)-x(1-x^{2}/2)\}/x^{3} = 1/3$ より
F(q) → V as q → 0