

●X線小角散乱を用いた構造解析

TN502

Structural Analysis with Small Angle X-ray Scattering

[概要]

X線小角散乱（SAXS）とは、試料にX線を照射した際に発生する散乱X線のうち、 $2\theta = \text{約 } 5 \text{ deg}$ 以下の領域で検出される散乱X線を測定することによって、粒子径/空孔径分布や層間長などのナノスケールの周期構造情報を得る手法です。SAXSで測定できる一般的な構造サイズは、数nmから数百nm程度とされています。

他にナノスケールの構造を測定する手法として、試料を直接観察する透過型電子顕微鏡および原子間力顕微鏡ならびに種々のプローブを用いて間接的に細孔などの構造を測定するガス吸着法および水銀圧入法があります。これらの手法には、測定できる試料の形状に制限がある、薄片化および乾燥などの前処理を必要とするなどの分析操作上の制約があります。一方、SAXSは、X線の高い透過力によってバルクでの評価ができ、特別な前処理を必要することなく、粉体、固体、スラリーおよび液体試料の評価が可能です。SAXSと各手法とを組み合わせることで、様々な材料の構造解析が可能になります。

[事例1] メソポーラスゼオライトの平均細孔直径および分布解析

メソポーラスゼオライトは吸着剤や触媒担体などとして幅広い産業分野で用いられており、その表面積や細孔径は特性を左右する重要なパラメータになります。2種類のモルデナイト型ゼオライト（Sample 1；未処理品、Sample 2；酸処理）のSAXS測定を行い、平均細孔直径および細孔分布を算出しました（Fig. 1）。Sample 2では、酸処理によって、約10nmの細孔が増えたことがわかり、窒素ガス吸着法による細孔分布解析と同一の傾向（Fig. 2）が見られました。今回の試料の場合、窒素ガス吸着法とSAXSの傾向が一致することから、試料に存在する細孔は開孔が主であると判断できます。

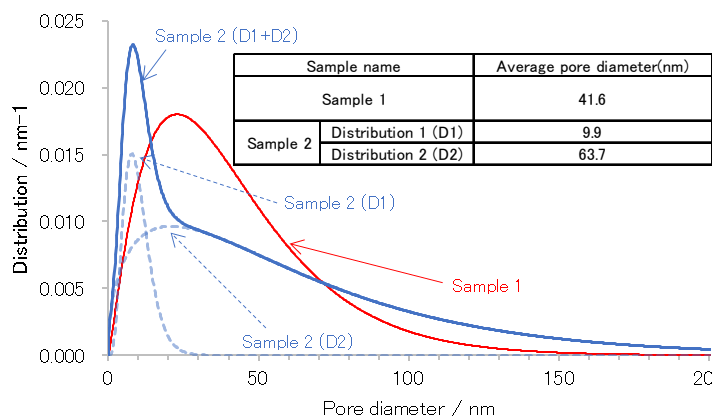


Fig.1 Pore size distribution measured by SAXS

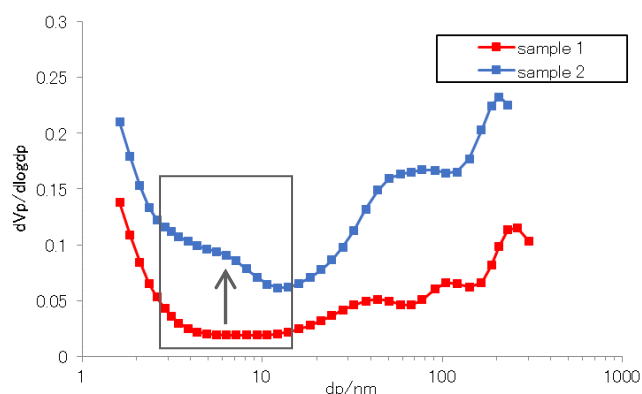


Fig.2 Pore size distribution measured by nitrogen adsorption isotherms*

* BJH (Barrett-Joyner-Halenda) 法による細孔径分布

[事 例 2] 高分子電解質膜の周期構造解析

固体高分子型燃料電池に用いられる高分子電解質膜は、親水基に水分子が結合してイオンクラスターを形成します。このイオンクラスターはプロトンが移動する経路になるため、イオンクラスターの湿度依存性が電池の発電性能を左右します。市販の高分子電解質膜を調湿状態が保持できる測定セルに入れ、セル内を乾燥状態(約 15 %RH, 室温)および湿潤状態(約 81 %RH, 室温)に制御した後、SAXS 測定を行いました。SAXS スペクトルを Fig. 3 に示します。乾燥状態から湿潤状態に変化したことで、ピークトップが低角度にシフトし、ピークプロファイルも明瞭になりました。これは相対湿度が上昇したことによって、イオンクラスターが増大したことに起因していると推測されます。高分子電解質膜以外に、ポリエチレン、ポリプロピレンなどの結晶性高分子に対して SAXS 測定を行うことで、物性や機械強度に影響する高次構造の解析を行うことができます。

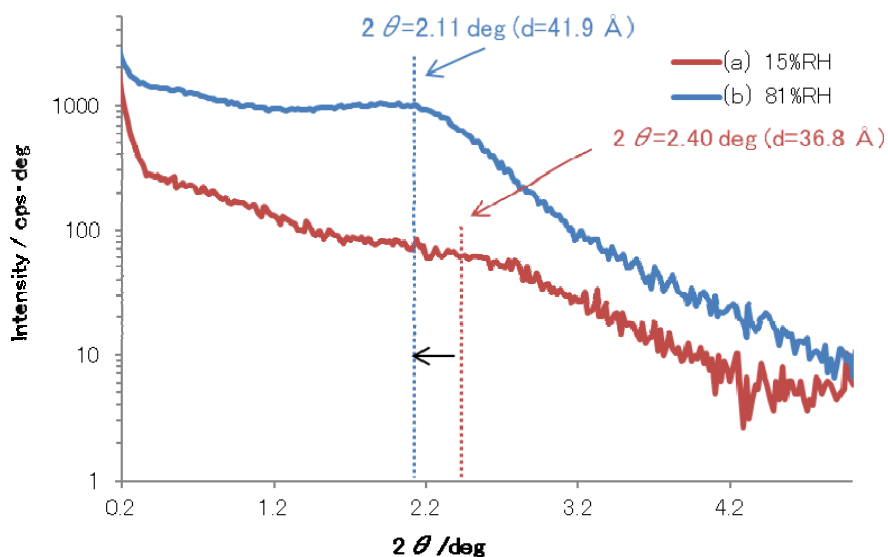


Fig.3 SAXS spectra of polyelectrolyte membrane

[キーワード]

X線散乱、ナノ構造、ナノ粒子、XRD、メソ孔