

# 二次元位置測定小角散乱装置 (C1-2 SANS-U)

装置責任者：柴山 充弘（東京大学物性研究所）

SANS-U は実験利用棟 C1 冷中性子導管の第2ビーム孔 C1-2 に設置され、冷中性子ビーム（波長 0.5-1.0nm）を用いて、物質中のナノメートルオーダーの構造解析を行うための装置である。近年の集光光学系および高分解能検出器の導入により、1nm から数  $\mu\text{m}$  までの構造を観察することが可能となった。測定対象は、広く合成高分子、生体高分子などのコンフォーメーション、相溶性、結晶化、流動場での分子配向の研究など多岐にわたり、金属合金中のクラスターや格子欠陥分布の研究や磁性体の高次構造研究にも用いられている。

## 1. 装置の概略

性能

波長領域	0.5 – 1.0 nm
波長分解能	$\Delta\lambda/\lambda = 0.10$
ビームサイズ	5, 10, 15 mm $\phi$
$Q$ 領域	$3.8 \times 10^{-3} - 3.5 \text{ nm}^{-1}$

検出器 1: メイン  $^3\text{He}$  二次元検出器

有効エリア	64.5 $\times$ 64.5 cm $^2$
データアレイ	128 $\times$ 128
位置分解能	5 $\times$ 5 mm $^2$
距離	1 – 16 m

検出器 2: 高分解能シンチレーション検出器

有効エリア	74 mm $\phi$
データアレイ	256 $\times$ 256
位置分解能	0.5 $\times$ 0.5 mm $^2$
距離	11.3 m (固定)

## 2. 専用付属装置

サンプルチェンジャー	
自動交換セル数	10 個 (溶液、固体試料)
自動温度制御	10 – 80 $^{\circ}\text{C}$ ( $\pm 0.1$ $^{\circ}\text{C}$ )

小角散乱測定用高温炉	
自動温度制御	40 – 200 $^{\circ}\text{C}$

流動場装置	
ずり速度	$10^{-3} - 10^3 \text{ sec}^{-1}$
温度範囲	室温 – 100 $^{\circ}\text{C}$

高圧セル	
圧力範囲	0.1 – 400 MPa
自動温度制御	10 – 80 $^{\circ}\text{C}$

## 3. 装置の特色

SANS-U は Small Angle Neutron Scattering Instrument for University of Tokyo の略であり、冷中性子を利用した小角散乱装置である。2008 年度より3年間、JST（原子カイニシアティブ）の支援を受けて装置の高度化を進めている。集光光学系（55 枚の  $\text{MgF}_2$  両凹面レンズ）および高分解能検出器（高性能シンチレータと抵抗分割型光電子増倍管で構成）を活用した集光型 SANS 実験を行なうことにより、観測  $Q$  領域は高度化前と比較して、約1桁向上し、その結果、 $3.8 \times 10^{-3} \text{ nm}^{-1}$  から  $3.5 \text{ nm}^{-1}$  の約3桁の空間スケールをカバーすることが可能となった。また、流動場セルなどの多彩な試料環境が用意されている。

## 4. 装置の全景



写真 1 : C1-2 SANS-U の全景

# C1-2 SANS-U での測定例

## 変形に伴うナノコンポジットゲルの構造変化: コントラスト変調 SANS による構造解析

高分子ゲルはソフトでウェットな物質であり、食品、化粧品、生体材料などの分野で広く利用されている。近年では、従来の高分子ゲルよりさらに高機能な物性を実現するため、新規なゲル作成法が提案されてきている。その一つに有機無機ナノコンポジットゲル (NC ゲル) が挙げられる。NC ゲルは、モノマー水溶液に無機粘土鉱物 (クレイ) を加えた状態で重合を行うことで得られる。この際、円盤状のクレイ粒子が「架橋面」となってポリマーネットワークが形成されると考えられている。このゲルは従来のゲルと比較してはるかに高い延性や力学強度を持ち、応用の範囲が飛躍的に広まると期待されている。どのようなメカニズムがこのような物性を実現しているのか、ミクロ構造の観点から調べるために延伸デバイスを用いた SANS 実験を行った。NC ゲルは 10 倍程度の延伸に対しても切れることもなく、また負荷を除くと多少の残留歪みを残すもののほぼ復元する。NC ゲルは高分子(P)とクレイ(C)と水の 3 成分系であるため、散乱実験においては高分子散乱とクレイ散乱とを区別する必要がある。コントラスト変調 SANS を行うと、これらの成分が分離評価できる。図 1 は 1 軸延伸した NC ゲルの SANS パターンを示す。上段の  $S_{CC}$ 、下段の  $S_{PP}$  はそれぞれクレイ、ポリマーの部分散乱関数である。これらは、成分のいずれかの散乱長密度を媒体のそれに合わせて行うコントラストマッチング法でも得られる情報であるが、中段の  $S_{CP}$  はコントラスト変調 SANS によって初めて得られる情報である。いずれのパターンも延伸により散乱は縦方向に伸びた形へと変形し、クレイの延伸方向への配向、高分子鎖の延伸方向への伸張を示している。さらに  $S_{CP}$  から相当量の高分子鎖がクレイ表面に吸着していることや延伸によりこれらの吸着分子が脱着することがわかった。この吸着鎖の脱着機構が高延伸を可能にしていると推論できる。

## 高分解能集光型 SANS(FSANS)測定

図 2 は粒子径が 596nm のポリスチレンラテックスについて集光型 SANS (FSANS) および従来のピンホール型 SANS (PSANS) でそれぞれ測定した結果である。高度化前の最高分解能に相当す

る PSANS (試料-検出器間距離:12m) による測定結果も示した。観測可能な低  $Q$  値 ( $Q_{min}$ ) が従来の PSANS では  $2.5 \times 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$  であるのに対して、FSANS では  $3.8 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$  であった。これは SANS-U の  $Q_{min}$  が約 1 桁拡張されたことを示している。また FSANS と PSANS (試料-検出器間距離:8m と 1.03m) を併用するにより、観測可能な  $Q$  領域は  $3.8 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$  から  $0.35 \text{ \AA}^{-1}$  の約 3 桁の広範囲におよぶことが確認された。

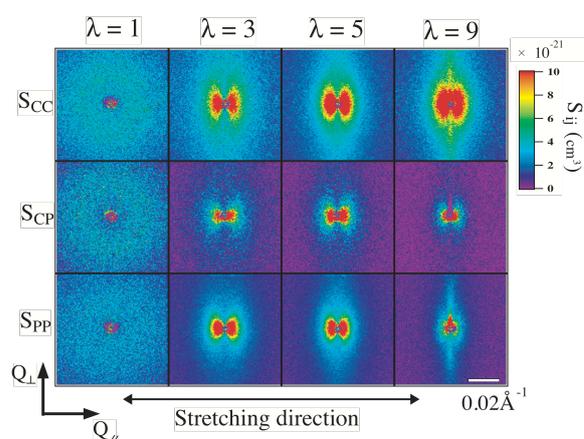


図 1 NC ゲルの 2 次元散乱パターン。ゲルは長さが  $\lambda$  倍になるように横方向に引き延ばされている。  $S_{CC}$ 、 $S_{CP}$ 、 $S_{PP}$  はそれぞれ、CC、CP、PP 相関を表す 2 次元部分散乱関数。

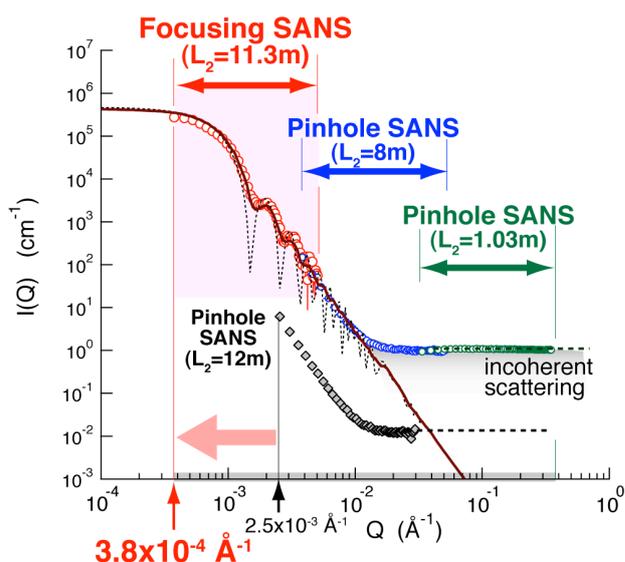


図 2 ポリスチレンラテックス (粒子径 596nm) の集光型 SANS (FSANS) およびピンホール型 SANS (PSANS) の測定結果。