

広いダイナミックレンジを持つ小角光散乱測定装置による、 球晶成長・相分離過程の測定手法

(大塚電子株) ○牟田口綾夏、福谷義樹、橋田紳乃介、中村彰一

【はじめに】

小角光散乱法とは、可視光領域の光源を使用し、マイクロメートルオーダー(μm)の構造を解析する測定技術である。測定領域は顕微鏡法などとほぼ同じではあるが、定常状態の構造を観察するだけではなく、高次構造変化をリアルタイムに数値化できることが大きな特徴である。したがって、結晶構造(球晶)や高分子構造(相構造、スピノーダル分解)などの解析に幅広く使用することができる。

球晶成長・相分離過程測定では、散乱強度の急激な変化を測定する為、今までの装置では測定途中で露光時間を調整する必要があり、測定が少々煩雑であった。今回、HDR(ハイダイナミックレンジ)機能(通常よりも幅広く明暗の差を捉え、肉眼で見た時に近い鮮明な画像を得る技法)を有する装置を開発し、露光時間の調整無しに測定した例を報告する。

【実験】

小角光散乱装置は、大塚電子株製の高分子相構造解析システム PP-1000 を用いた。カメラ長は約300mm にセットし、HDR 機能 ON/OFF の両方の測定を試みた。球晶成長測定に用いたサンプルは PVDF シート(クレハエクステック株製)である。PVDF シートは、230°Cで溶解した後、160°Cで結晶化させ、球晶の成長過程を測定した。

【結果と考察】

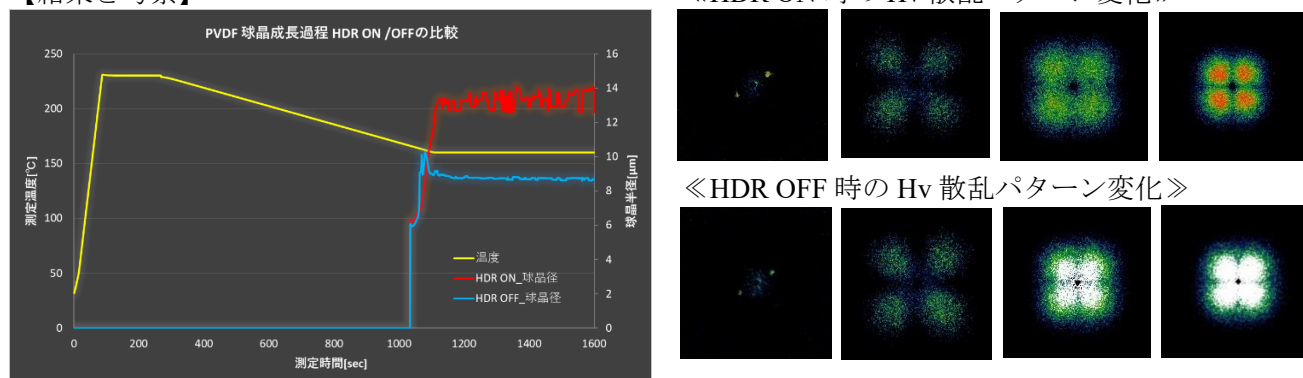


図 1. 球晶構造の経時変化 (HDR ON/OFF 時の球晶径変化: 左図と、Hv 散乱パターン変化: 右図)

図 1 に PVDF の球晶成長過程を HDR ON/OFF の両方で測定した時の球晶径変化と Hv 散乱パターン変化を示す。HDR ON 時の自動調整された露光時間は 50msec, 5msec, 100μsec であり、HDR OFF 時の露光時間は 50msec 固定である。ON での測定では明確なクローバー型パターンが得られ、方位角 45 度方向の散乱強度が最大になる角度から求めた球晶半径は約 14μm であるのに対し、OFF での測定では散乱強度が飽和露光量に達し、散乱強度が最大になる角度が明確に検出できず、球晶径は約 8.5μm と算出され、正確な球晶径の計算ができないと考えられる。

また、OFF 時に飽和露光量に達しないように、露光時間を短く (100μsec) して測定すると、球晶成長が開始される時に十分な散乱強度が得られず、確認しにくいという問題も生じた。したがって、HDR 機能を使用すると、測定途中で露光時間を調整する必要無く、散乱強度の急激な変化のある測定には非常に有効であることが明らかになった。

なお、スピノーダル分解過程の測定例は当日報告する。