

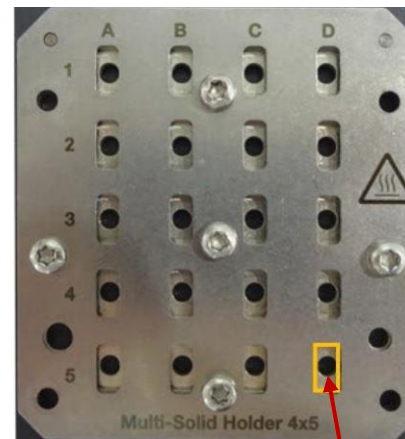


NanoTerasu BL08W-SAXSの測定事例

2025/11/13 NanoTerasu測定研修会

BL08W 固体用サンプルホルダー

- 5×8mm□の試料 (穴: 3mmφ)
- ビームサイズ: 約150μm (幅) × 約80μm (縦)
- 厚みは 1mm程度 (試料による)
- 最大20検体
- 粉体、ペースト、液体用ホルダーあり



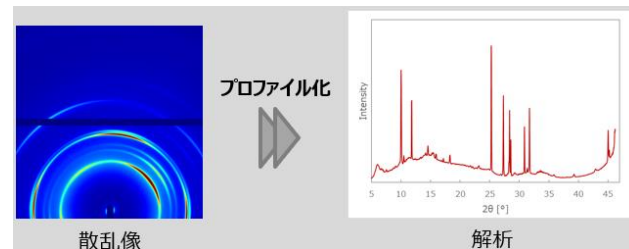
穴をX線が通過

試料準備と測定

- ・X線が透過できる試料 (厚み、材質)
- ・BL08W-SAXSでは試料ホルダーが真空下に置かれるため、ガスが発生する試料は注意が必要
- ・X線照射によるダメージを受ける場合もある
- ・厚みの異なる試料を測定する際は注意が必要

測定データ解析

- ・プロファイル化まではビームラインの解析ソフトで処理可能
- ・ImageJやFit-2Dなどのフリーソフトを利用してデータ処理、簡単な解析が可能
- ・成分同定や波形分離などの高度な分析をする場合は有償ソフト、データベースが必要 (Origin-Pro、ICDD-PDFなど)

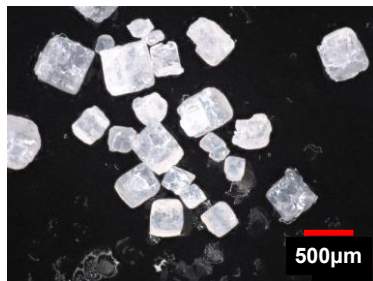


※NanoTerasuではプロファイル化まで可能

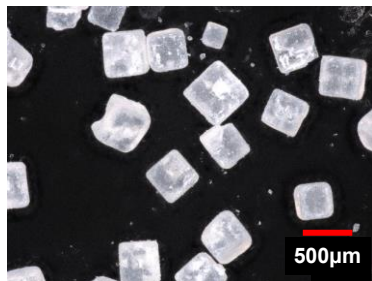
食用塩を購入したが見た目や味が違う、組成がどう異なるのかを明らかにしたい



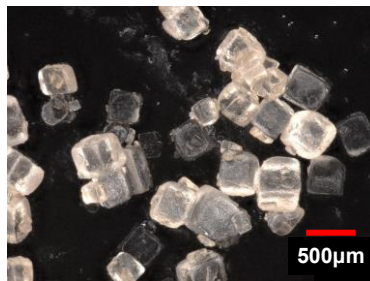
塩A



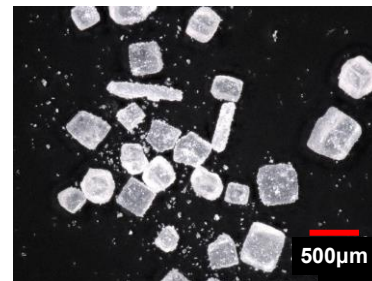
塩B



塩C



塩D



市販の食用塩：岩塩、海塩など多様な製法で作られており、原料により組成・構造が異なる



原料の違いからくる影響を理解し、製品差別化のヒントを得る

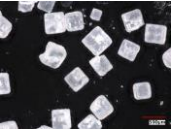
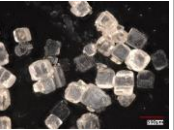
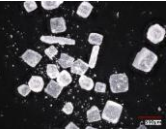
WAXS分析事例：食塩の成分分析

4

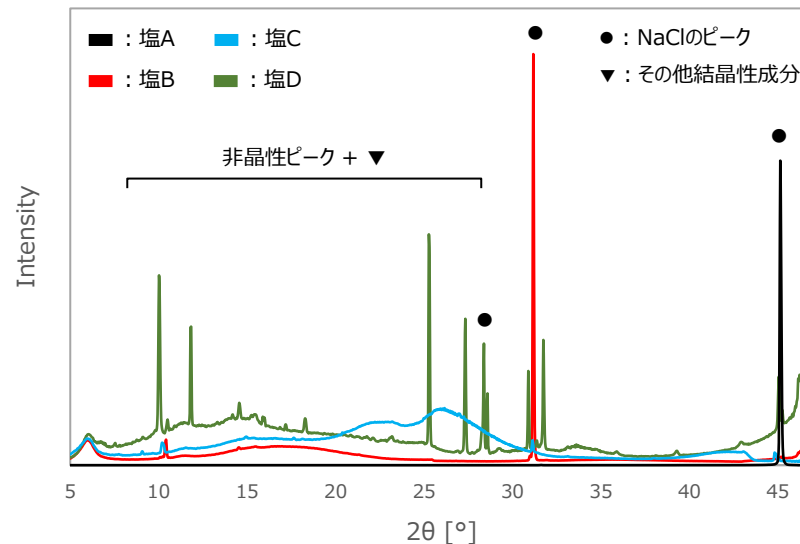
目的：食用塩を購入したが見た目や味が違う、組成がどう異なるのかを明らかにする



塩の味の違い・触感

	塩A	塩B	塩C	塩D
外観				
見た目、手触り	白、パラパラ	白、パラパラ	茶色、少しべたべたした感じ	さらさら、粒度が細かい？
味	浅い味	重みのある味	他の味を感じるため、より塩味を感じる	塩Bに近い、強い塩味

WAXSプロファイル



塩Dのプロファイル中の結晶性成分は何由来？

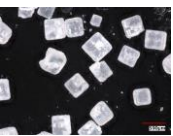
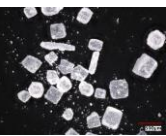
WAXS分析事例：食塩の成分分析

5

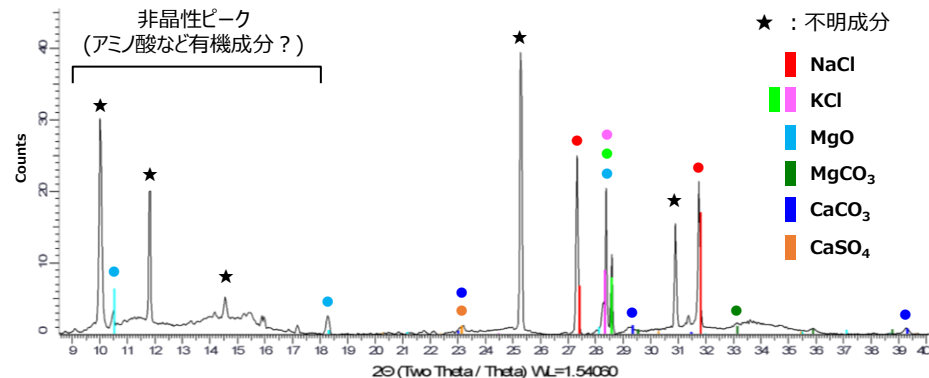
目的：食用塩を購入したが見た目や味が違う、組成がどう異なるのかを明らかにする



塩の味の違い・触感

	塩A	塩B	塩C	塩D
外観				
見た目、手触り	白、パラパラ	白、パラパラ	茶色、少しべたべたした感じ	さらさら、粒度が細かい？
味	浅い味	重みのある味	他の味を感じるため、より塩味を感じる	塩Bに近い、強い塩味

塩Dの詳細な帰属（海水成分でデータベース検索）



結晶性成分は、海水・添加物由来の成分であると特定

WAXS分析事例：食塩の成分分析

6

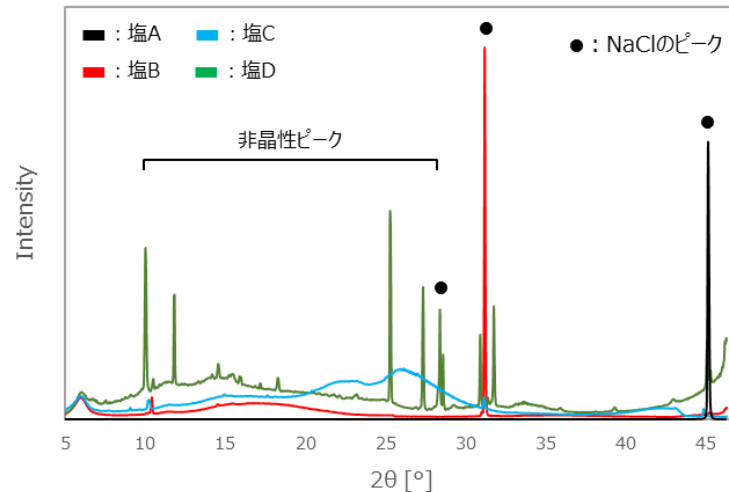
目的：食用塩を購入したが見た目や味が違う、組成がどう異なるのかを明らかにする



塩の見た目・味の違いと帰属

	塩A	塩B	塩C	塩D
外観				
帰属	NaCl	NaCl + 非晶性ピーク (有機物由来)	非晶性ピーク (有機物由来)	NaCl + 有機成分 + 結晶性成分 ↓ 味の差には関与 薄そう
見た目、 手触り	白、パラパラ	白、パラパラ	茶色、少しべた べたした感じ ↓ 有機成分由来	さらさら、粒度 が細かい？
味	浅い味	重みのある味	他の味を感じる ため、より塩 味を感じる	塩Bに近い、 強い塩味 ↓ 粒度の小ささ由 来？(比表面積 的な要因)

WAXSプロファイル



成分・構造の違いを明らかにし、原料選定の指標に

2025/11/13 NanoTerasu測定研修会

SAXS分析事例：ZrO₂混練樹脂の粒子径分析

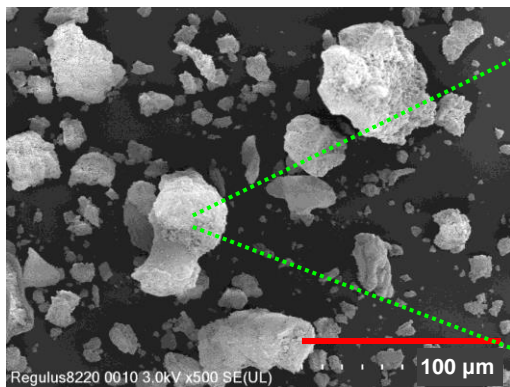
7

混練するZrO₂の配合量を凝集しない程度に増やしたい。
樹脂片中の粒子径の変化を追いかけてい

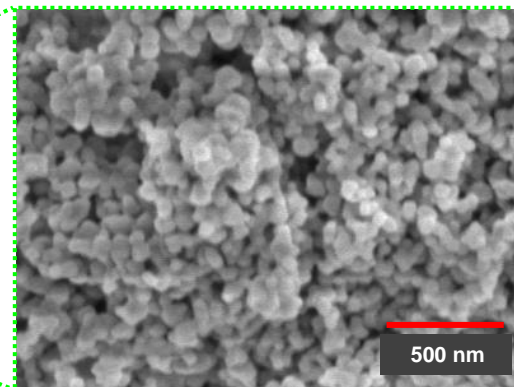


無機フィラー：分散状態が樹脂片の機械的強度や熱伝導性などの特性を左右する

粒子径の比較から、分散性の改善や配合設計の最適化に繋げたい



ZrO₂粉体でのSEM観察



ZrO₂の一次粒子 (SEM)

SEM観察からは局所的な情報

→ 粒子径：60~150 nm？

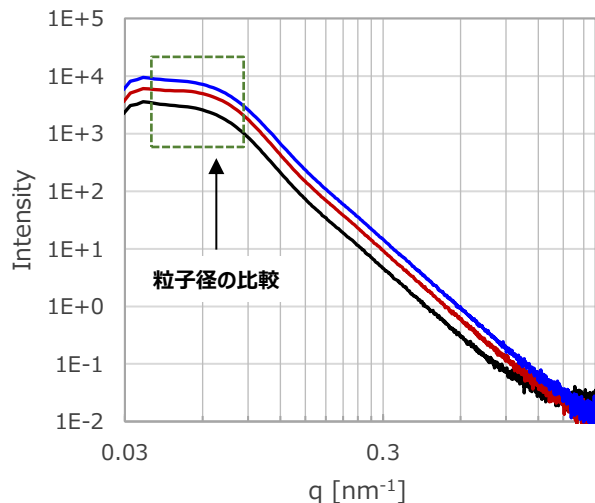
SAXS分析事例：ZrO₂混練樹脂の粒子径分析

8

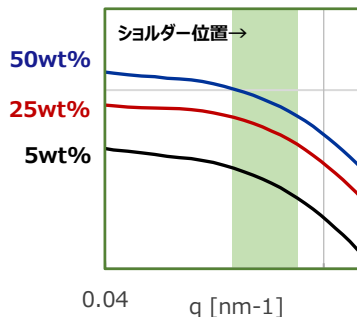
目的：樹脂中のZrO₂の配合量を増やしたときの分散状態の変化を追いかけてみたい。



SAXSプロファイル



拡大図



・ショルダー位置 → 大きな差なし

平均粒子径はほぼ同じ

・散乱強度 → 配合量が増えるにつれ大きく

粒子数が増えることで
散乱強度が増大

算出されたZrO₂の平均粒子径

	粒子径
5 wt%	約72 nm
25 wt%	約71 nm
50 wt%	約69 nm

※具体的な数値はGuinier近似式より算出する

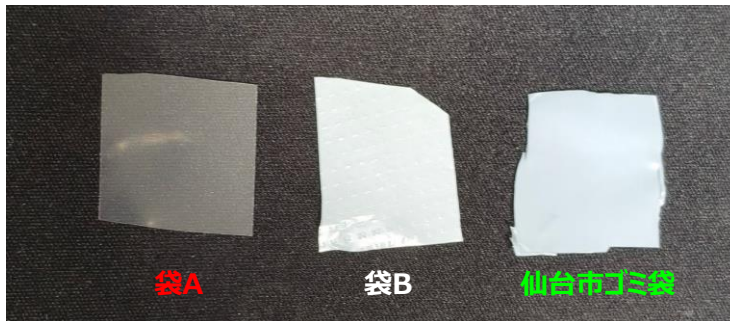
平均粒子径は変わらない → 一次粒子の状態で分散している

粒子が凝集する配合量には、まだ余裕があることが分かる

WAXS/SAXS分析事例 1 : ポリ袋の構造分析

9

ポリ袋の引張試験を行うと、破断挙動や伸びに違いがみられた
力学特性と構造との相関を明らかにしたい



袋の感触

	見た目	引張り
袋A	透明	少し耐えて延びる
袋B	白	良く延びる
仙台市ゴミ袋	半透明	すぐ切れる

ポリ袋：製造条件（延伸、冷却速度、添加剤）によって力学特性が大きく異なる



マイクロ構造との相関から製品設計・品質保証における指標を得る

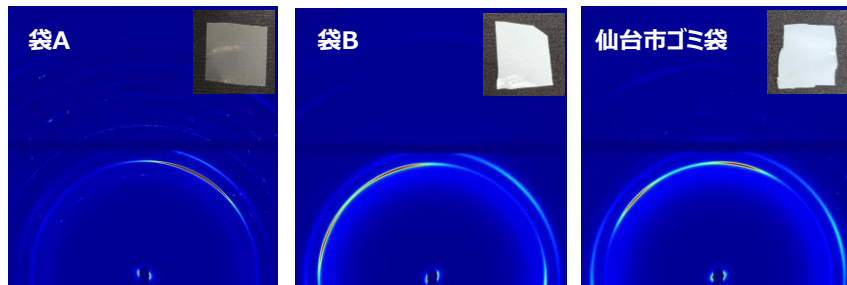
WAXS/SAXS分析事例 1 : ポリ袋の構造分析

10

目的：ポリ袋の引張試験の結果がものによって異なる。この差異を構造的な観点から明らかにしたい。



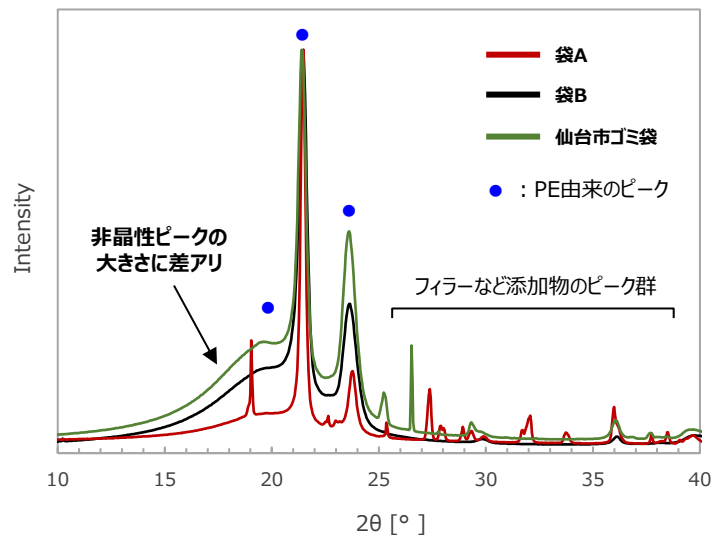
WAXS散乱像



袋の感触とWAXS測定の結果

	見た目	引張り	結晶化度
袋A	透明	少し耐えて延びる	高
袋B	白	良く延びる	中
仙台市ゴミ袋	半透明	すぐ切れる	低

WAXSプロファイル



データベース検索 → 3検体ともポリエチレン (+添加物)

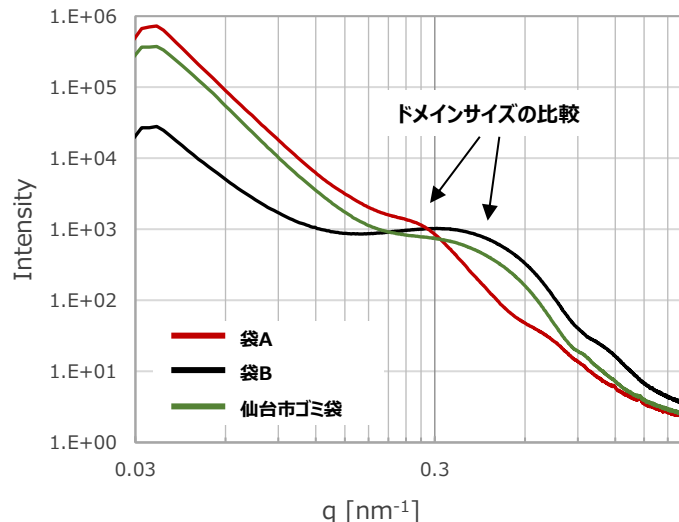
WAXS/SAXS分析事例 1 : ポリ袋の構造分析

11

目的：ポリ袋の引張試験の結果がものによって異なる。この差異を構造的な観点から明らかにしたい。



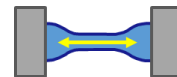
SAXSプロファイルの結果



袋の感触とSAXS測定の結果

	ドメイン径	引張り	結晶化度	見た目
袋A	約9.7nm	少し耐えて延びる	高	透明
袋B	約5.2nm	良く延びる	中	白
仙台市ゴミ袋	約5.6nm	すぐ切れる	低	半透明

引張試験時の物性評価と組み合わせることで、物性変化を構造の観点から捉えられる。



リサイクルPETと通常品で曲げやすさに差が出た。
定量的に構造を比較することで要因を明らかにしたい

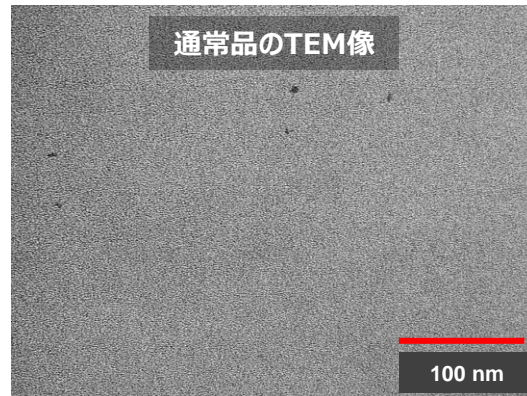


リサイクルPET : 熱履歴や異物混入の影響を受けやすく、結晶構造や配向性に違いが生じる可能性がある

測定箇所



通常品のTEM像



リサイクル品のTEM像



曲げやすい
(やわらかい)

TEM観察からは構造情報は得られなかった → WAXS・SAXSでは何が見える？

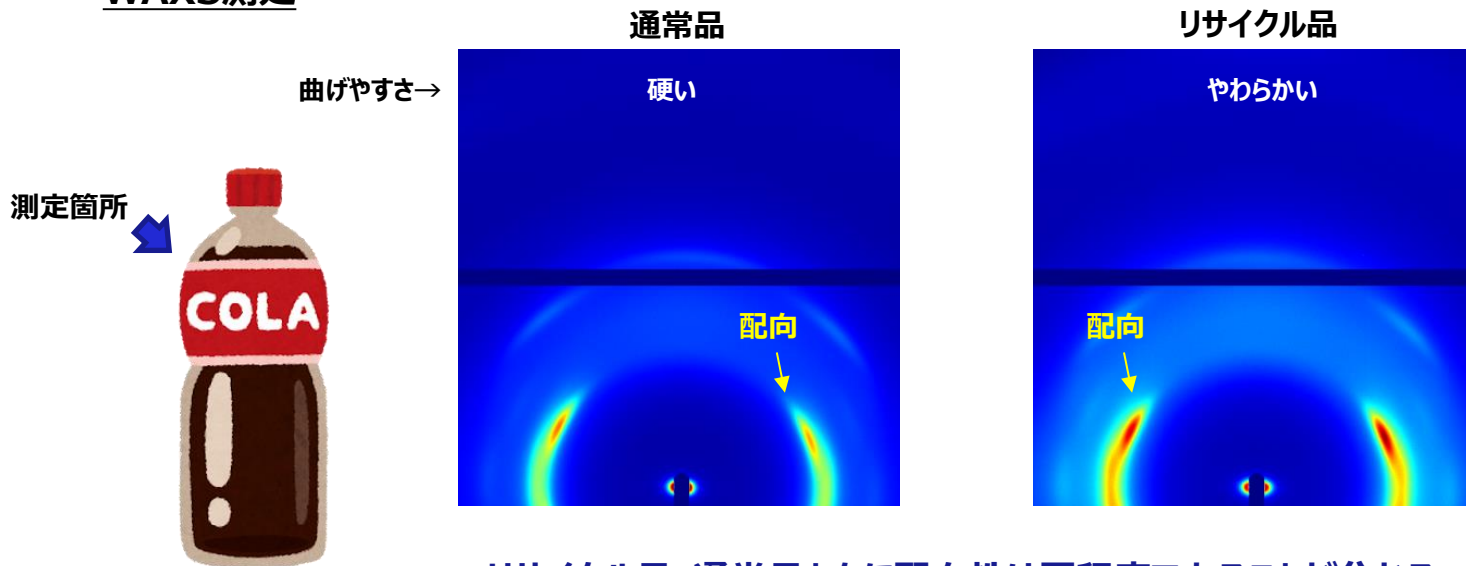
WAXS/SAXS分析事例 2 : リサイクルPETボトルの分析

13

目的：リサイクル原料由来PETボトルの曲げやすさを、通常品と構造的に比較したい。



WAXS測定



リサイクル品・通常品ともに配向性は同程度であることが分かる

WAXS/SAXS分析事例 2 : リサイクルPETボトルの分析

14

目的 : リサイクル原料由来PETボトルの曲げやすさを、通常品と構造的に比較したい。

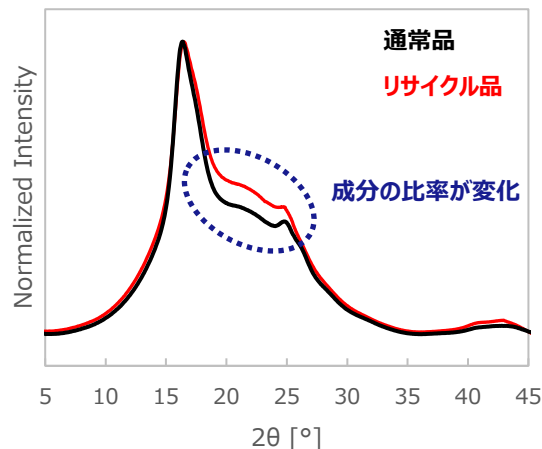


WAXS測定

測定箇所



WAXSプロファイル



試料の結晶化度

通常品 : 18.8%

リサイクル品 : 14.2%

リサイクル品のほうが結晶化度が小さいことが分かる (→曲げやすさに関係)

WAXS/SAXS分析事例 2 : リサイクルPETボトルの分析

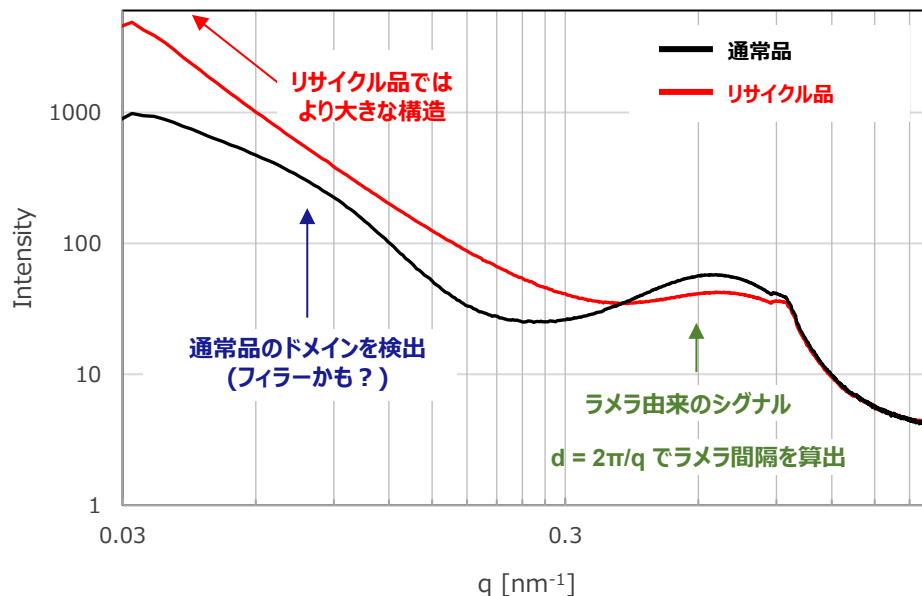
15

目的：リサイクル原料由来PETボトルの曲げやすさを、通常品と構造的に比較したい。



SAXS測定

SAXSプロファイル



SAXSプロファイルの結果

- ・PET中のドメイン径
通常品 < リサイクル品
- ・PET中のラメラ間距離
通常品 ≈ リサイクル品



- ・Guinier Plotによるドメイン径の算出
- ・USAXS測定によるリサイクル品のドメイン径解析

WAXS/SAXS分析事例 2 : リサイクルPETボトルの分析

16

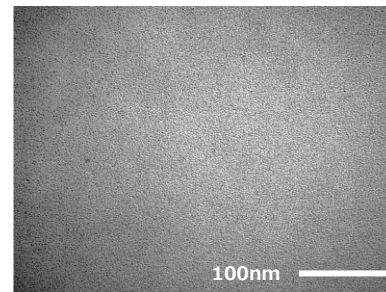
目的：リサイクル原料由来PETボトルの曲げやすさを、通常品と構造的に比較したい。



リサイクルPETボトルのWAXS・SAXS測定結果

	曲げやすさ	配向性	結晶化度	ドメイン	ラメラ間距離
通常品	硬い	あり	<u>18.8%</u>	小	約9.6nm
リサイクル品	やわらかい	あり	<u>14.2%</u>	大	約9.5nm

リサイクルPETのTEM像



TEM像からはラメラ構造は
観察されなかった



不明瞭でもラメラ構造の情報を取得できた

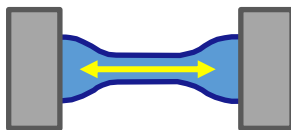
WAXS・SAXS測定を組み合わせることで、幅広いスケールから構造を明らかにできる

- 放射光分析は高時間分解能・高空間分解能・高感度な分析
- WAXS・SAXSは構造の平均情報を測定する手法であり、結晶性・配向性・サイズ・形状と、構造を広いスケールで評価できる

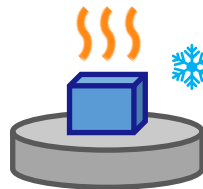


環境を再現しての測定によりメカニズム解明・課題解決を促進

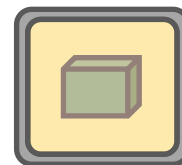
in situでの分析



引張り / 圧縮



加熱 / 冷却



液中 / 濡れ環境