



# 高分子材料の構造評価を加速する新たなX線分析技術

2025年9月3日

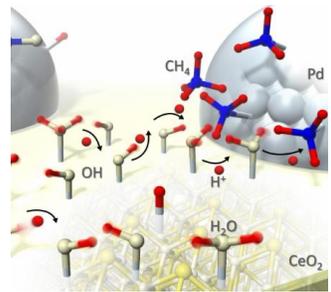
株式会社リガク

尾本 和樹、伊藤 和輝



# 化学分野が牽引するイノベーション

## <日本の強み>

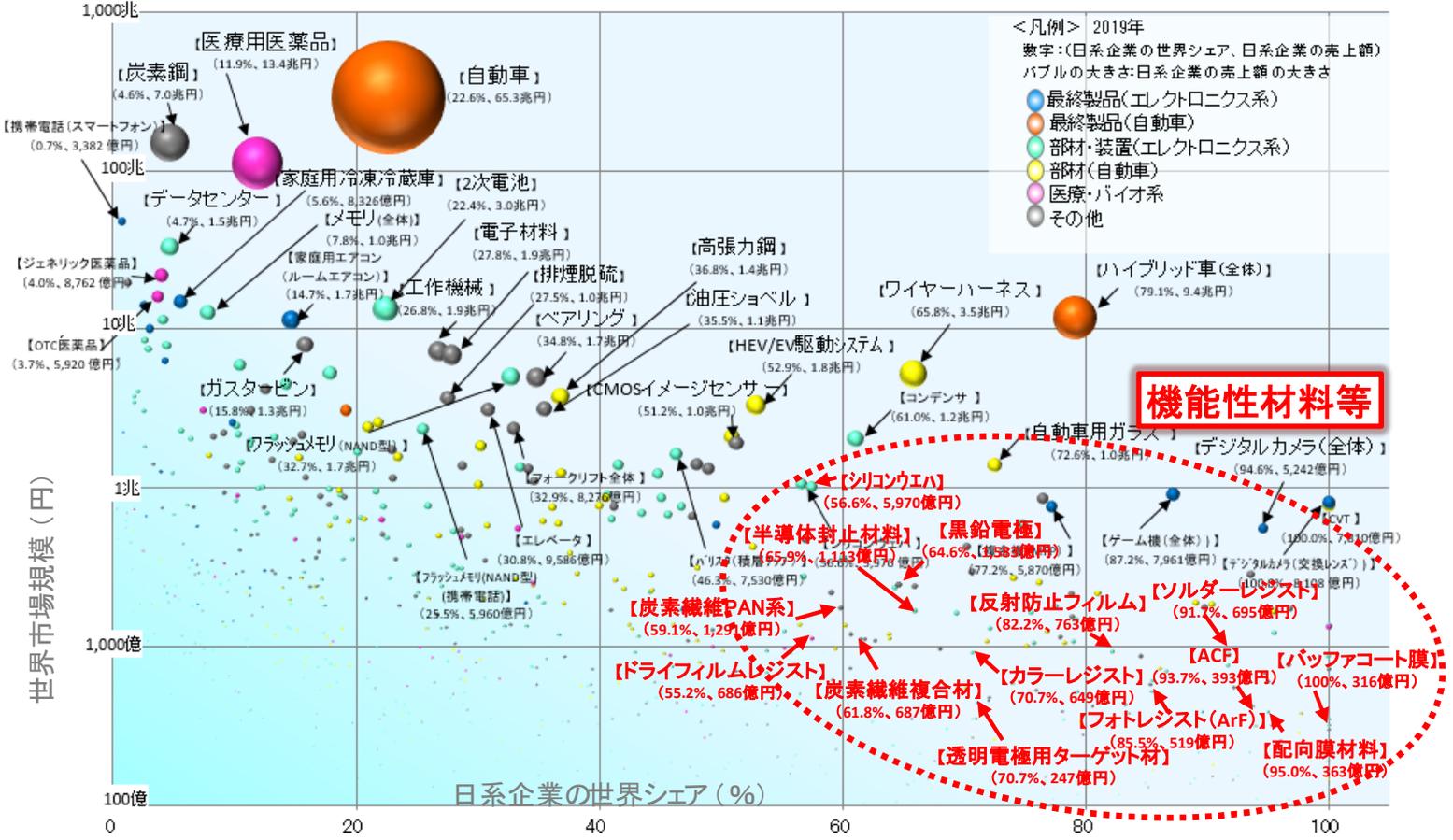


原子・分子レベルでの物質創製・材料設計

- 触媒
- 電子材料
- 複合材料
- 半導体
- 蓄電池

## <日本のノーベル化学賞(一部)>

1981	福井 謙一	化学反応過程の理論的研究
2000	白川 英樹	導電性高分子の発見と発展
2001	野依 良治	キラル触媒による不斉反応の研究
2010	根岸 英一 鈴木 章	有機合成におけるパラジウム触媒 クロスカップリング反応の開発
2019	吉野 彰	リチウムイオン電池の開発



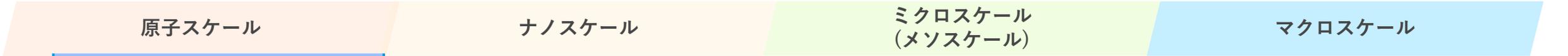
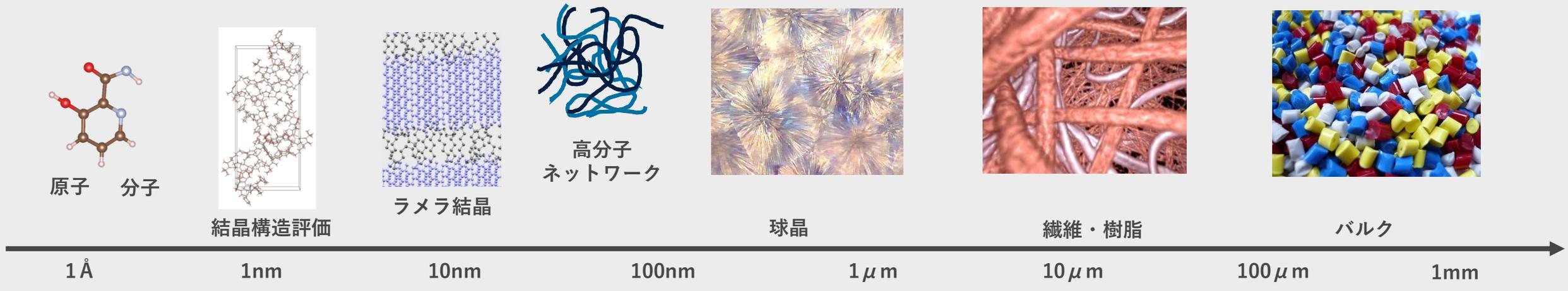
<出典> 新エネルギー・産業技術総合開発機構「2020年度日系企業のITサービスソフトウェア及びモノの国際競争ポジションに関する情報収集」調査結果を基に経済産業省作成

# 目次

1. 高分子材料評価装置 (DicifferX WAXS Edition)
2. 解析ソフトウェア PolyOrientX
3. まとめ



# 高分子のサイズスケールとリガクのX線構造評価装置



X線回折装置



SmartLab

広角X線回折装置



DicifferX  
WAXS Edition

小角X線散乱装置



Xeuss

超小角X線散乱装置



NANOPIX mini

X線CT

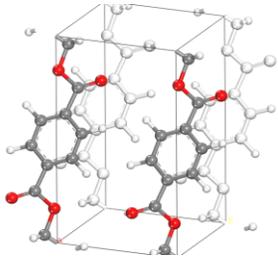


nano3DX

# 高分子におけるX線評価手法(XRD,SAXS)と構造の関係

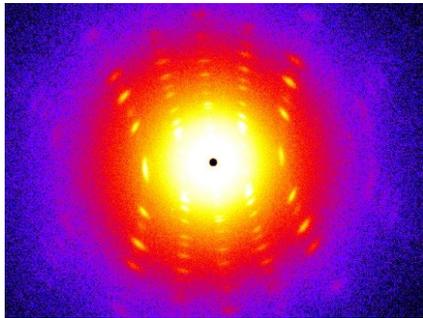
XRD (Å~nm) 分子鎖配置

結晶構造(周期構造)

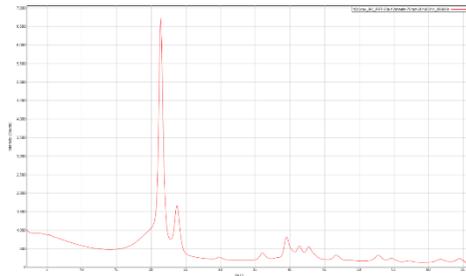


バルク、フィルム、繊維  
(結晶性高分子)

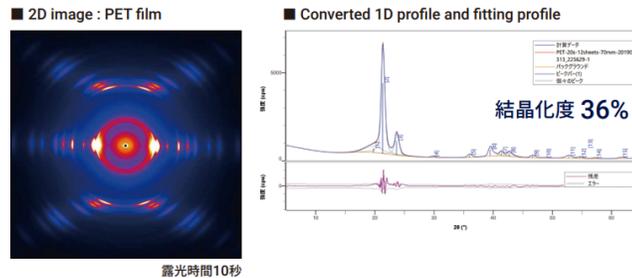
配向分布



定性分析



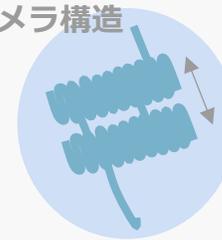
結晶化度



SAXS (nm~数百nm) 形態・高次構造

周期構造

ラメラ構造

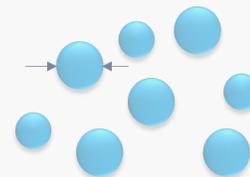


配向度分布・結晶化度

ラメラ構造

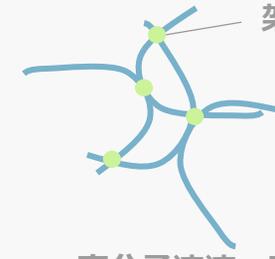


粒子径分布・形状評価

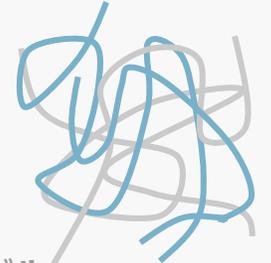


ネットワーク構造・架橋点密度

架橋点



高分子溶液・高分子ゲル



相分離構造



相分離

表面構造評価



高分子薄膜

# DicifferX WAXS Edition の特長

## 広角の2次元データ測定に特化したシステム

### 光学系

- 2次元広角測定システム(透過・反射配置に対応)

### コンセプト

- 高性能な光学系と自由度の高い試料空間を兼ね備えたシステム

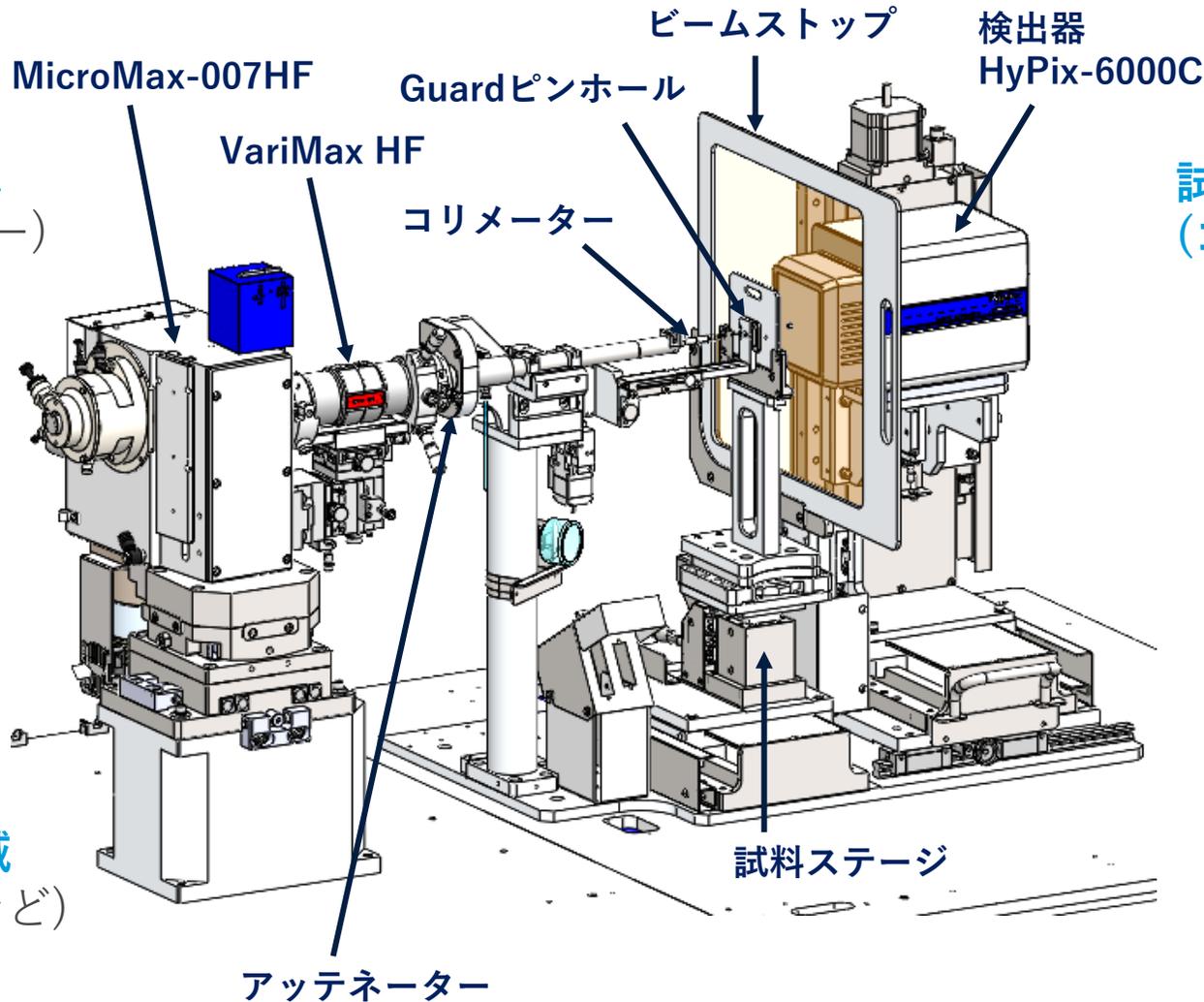
### 特長

- **特長 1** : 微小で高輝度なX線ビームの光学系を搭載、短時間でデータが取得可能、時分割測定やマッピング測定に最適。
- **特長 2** : 自由度の高い試料空間と多彩なアタッチメント。
- **特長 3** : 拡張測定機能による幅広い $2\theta$  測角範囲



# DicifferX WAXS Edition の光学系

高輝度・高強度X線ビーム  
(高輝度X線源 + CMFミラー)  
Mo, Ag線源はオプション



試料周りの自由度を高く  
(ゴニオメーターレス設計)

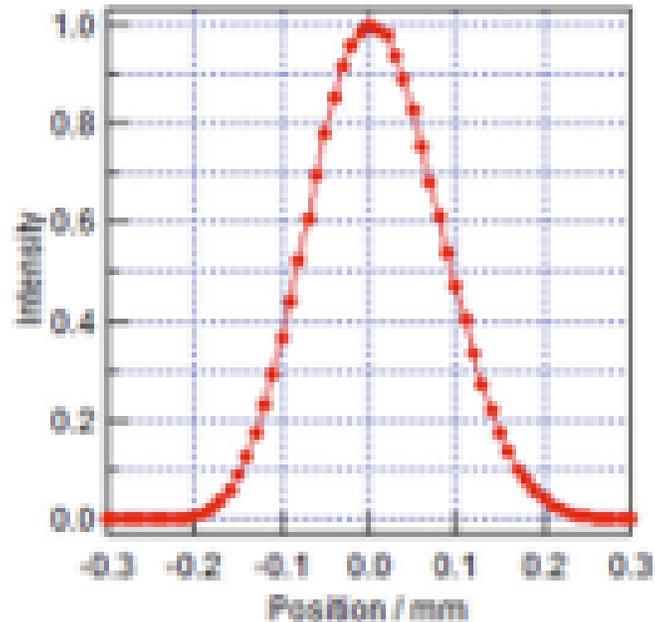
空気散乱による影響を低減  
(Guard slit、散乱防止筒など)

広い $2\theta$ レンジと $\beta$ 方向  
360deg.をカバー

# 特長 1 高強度・高輝度なX線ビームによる高速測定

- X線強度：X線全強度  $2.5 \times 10^9$  cps
- ビームサイズ：0.2 mm (FWHM, 標準光学系使用時)

試料位置におけるビームプロファイル(スリットを用いて測定)

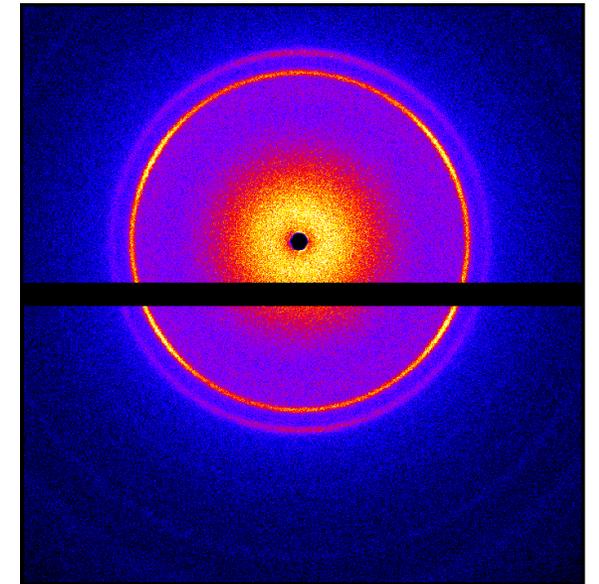


## PE(ポリエチレン)フィルムの 高速時分割測定結果

等温延伸時のPEフィルムの**1秒毎の構造変化を高速時分割測定**にて観察

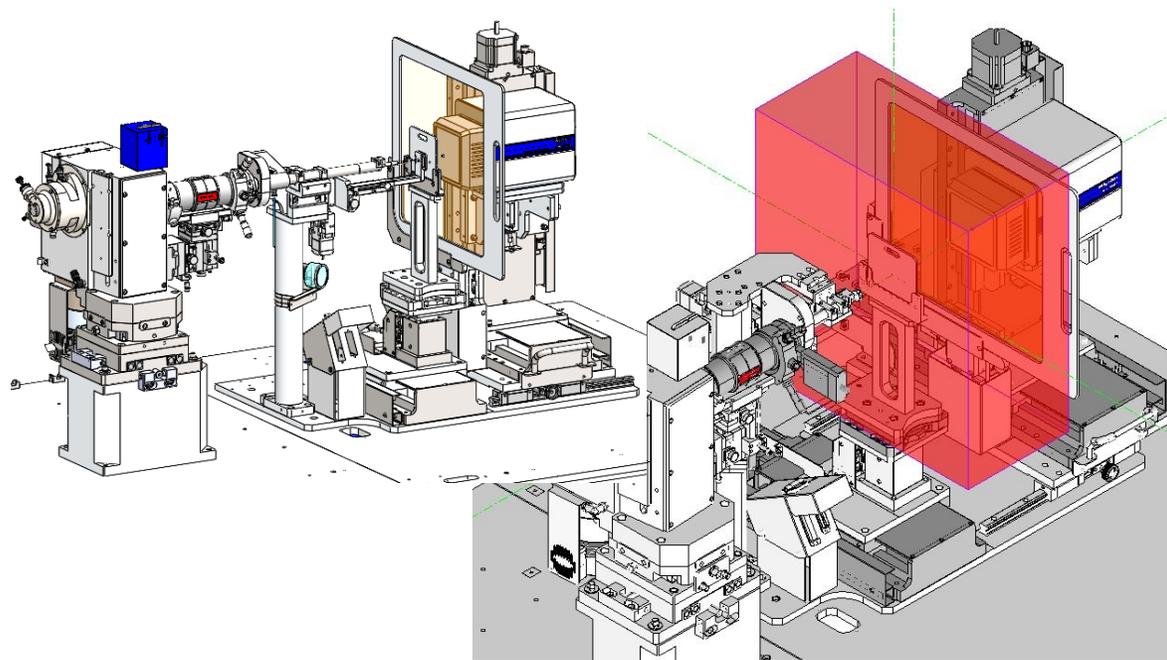


Linkam  
MFS ステージ(延伸)



# 特長2 自由度が高い試料空間と多彩なアタッチメント

## ■ 自由度の高い試料空間



幅19cm × 奥行き40cm × 高さ42cm

試料用の電動ステージの上には広い空間を確保

## ■ 豊富なアタッチメント

延伸ステージ



温度ステージ



温湿度アタッチメント



GIアタッチメント



透過DSCアタッチメント



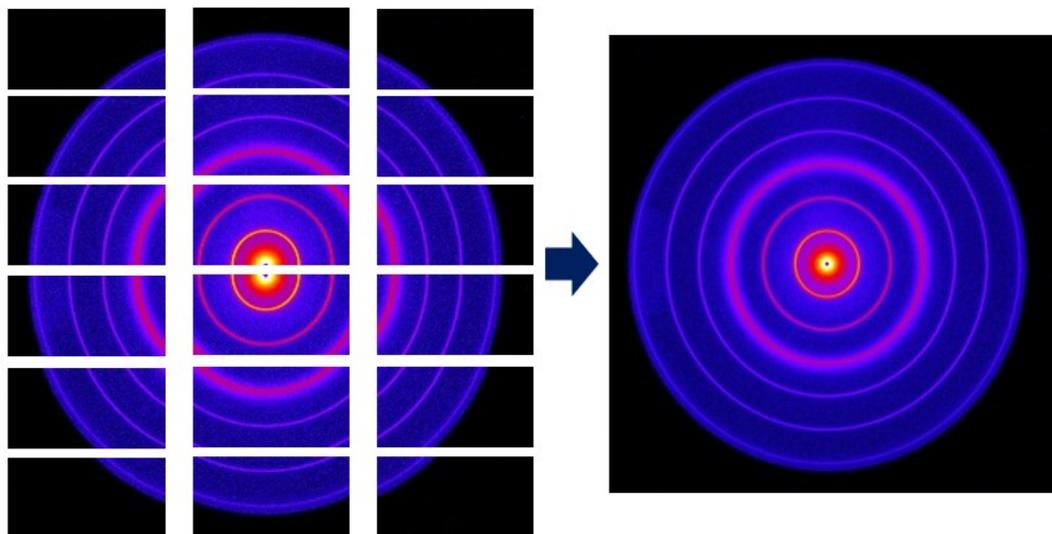
溶液アタッチメント



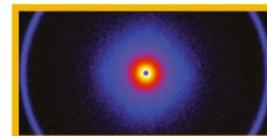
# 特長 3 拡張測定機能による幅広い $2\theta$ 測角範囲

## ■ 拡張測定機能

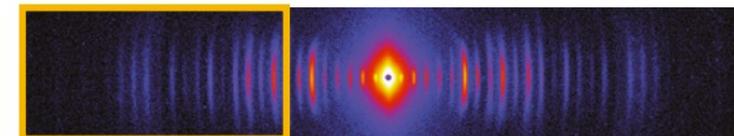
異なる測定範囲の画像データを統合して幅広い $2\theta$ の1枚画像データを生成する機能( $2\theta > 65^\circ$  をカバー)



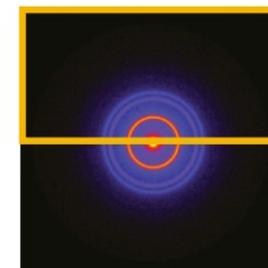
通常測定



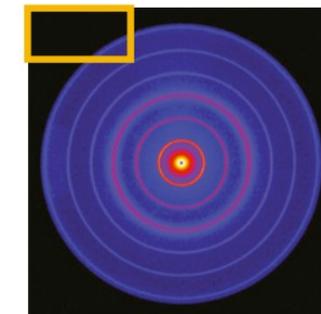
拡張測定



1×3モード



2×1モード



6×3モード

はHyPix-3000が一度にとらえる範囲

# 試料環境ステージ

## 延伸ステージ

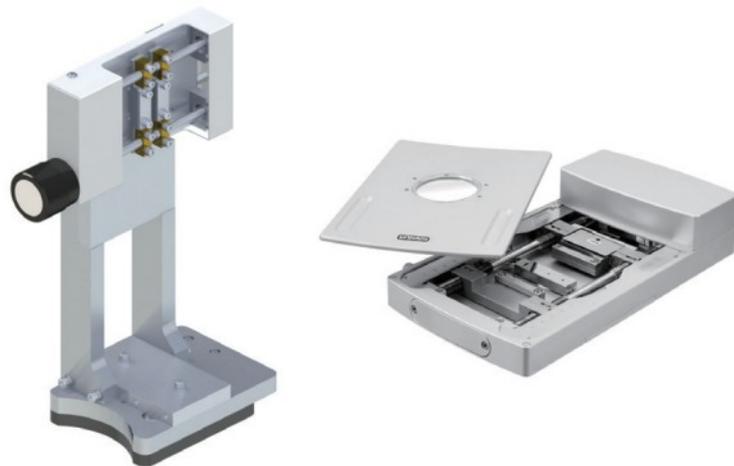
サンプルを延伸させた状態を測定するためのステージです。  
延伸ステージは簡易的な手動アタッチメント、制御ソフトから延伸、温度を制御することのできるMFSステージを選択することができます。

### 手動延伸アタッチメント

可動範囲	0~66 mm 延伸率8倍
------	---------------

### MFSステージ

温度	RT~350°C 冷却オプション：-195°C*~350°C
ロードセル	2N、20N、200、600Nから選択



## 温度ステージ

透過と反射法に対応した温度雰囲気下で測定するための温度ステージです。

測定法	透過または反射*
温度範囲	RT~350°C 冷却オプション：-195°C*~350°C



## 温湿度アタッチメント

湿度雰囲気下での結晶構造の変化を評価することができます。60°C 90% RHの制御が可能です。仕様の詳細はお問合せください。



## 繊維アタッチメント

ユーセントリックゴニオメータヘッドに繊維試料を簡単に取り付けられるホルダーを取り付けたアタッチメントです。  
繊維試料の傾きを調整できます。

稼働軸：φ軸



# 試料環境ステージ

## 透過DSCアタッチメント

X線回折による構造状態変化とDSCによる熱的变化同時に透過法にて測定することができます。粉末、フィルム材料な評価の効率が上がります。

DSC方式	熱流速型
温度範囲	室温～300℃ (-30℃：オプション)
測角範囲	2θ < 30°



透過用試料パン



## GIアタッチメント

薄膜試料表面すれすれにX線を入射させるアタッチメントです。試料のin-plane方向とout-of-plane方向の構造を評価できます。

大気システム用	Tz, Ry, Rx軸 (3軸ステージ) Tz, Ry, Rx, φ軸 (4軸ステージ)
真空システム用	Tz, Ry, φ軸 (3軸ステージ)



## 溶液アタッチメント

溶液セル、フローセル、ゲルセルを設置するアタッチメントです。3個の試料セルを設置することができます。



## DACアタッチメント

ダイヤモンドアンビルセル (DAC) を設置するアタッチメントです。様々な型のDACに合わせた専用取付ホルダーを提供いたします。



## 汎用アタッチメント

Linkam製の温度・延伸・せん断ステージをアダプターを用いて取付けることができます。



### Option Item

#### 真空チャンバー



#### 試料観察カメラ

X線と同方向から試料観察することが可能なカメラです。試料変化をカメラで観察しながら測定することができます。

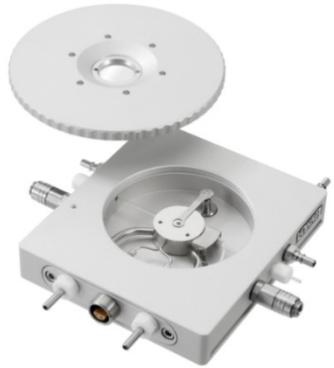


# アプリケーション①：PETフィルム的高速時分割測定結果

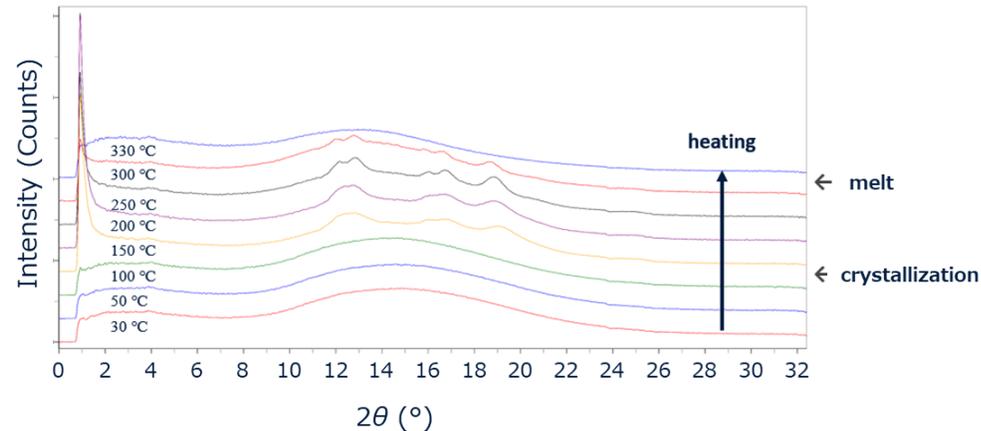
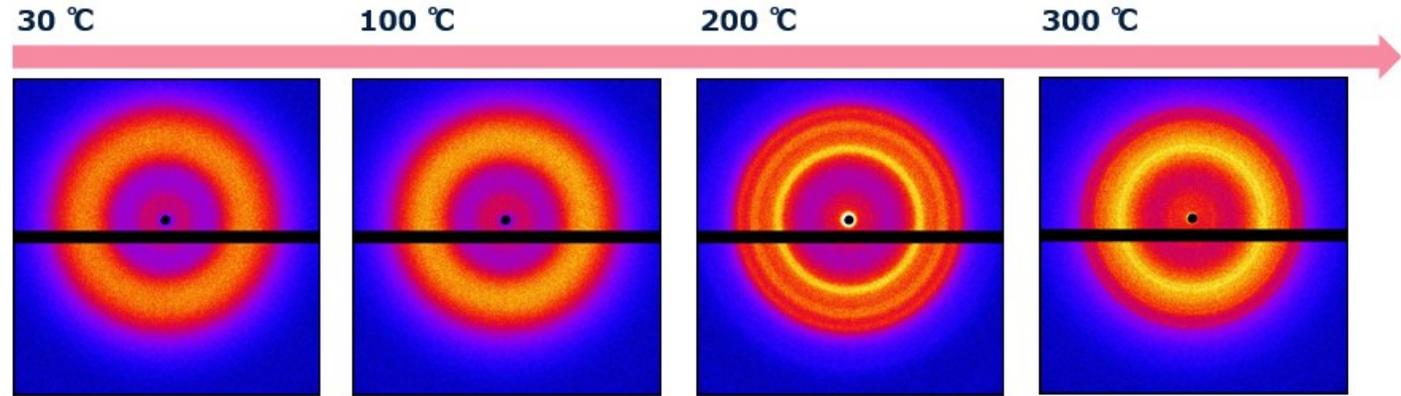
加熱時のPETフィルムの1秒毎の構造変化を高速時分割測定にて観察

## ■ 測定条件

- 試料 : PET フィルム
- システム : DicifferX WAXS Edition
- 検出器 : HyPix-6000
- 温調ステージ: Linkam HFSX350
- 温度範囲 : 30 °C – 330 °C
- 露光時間 : 1 sec.



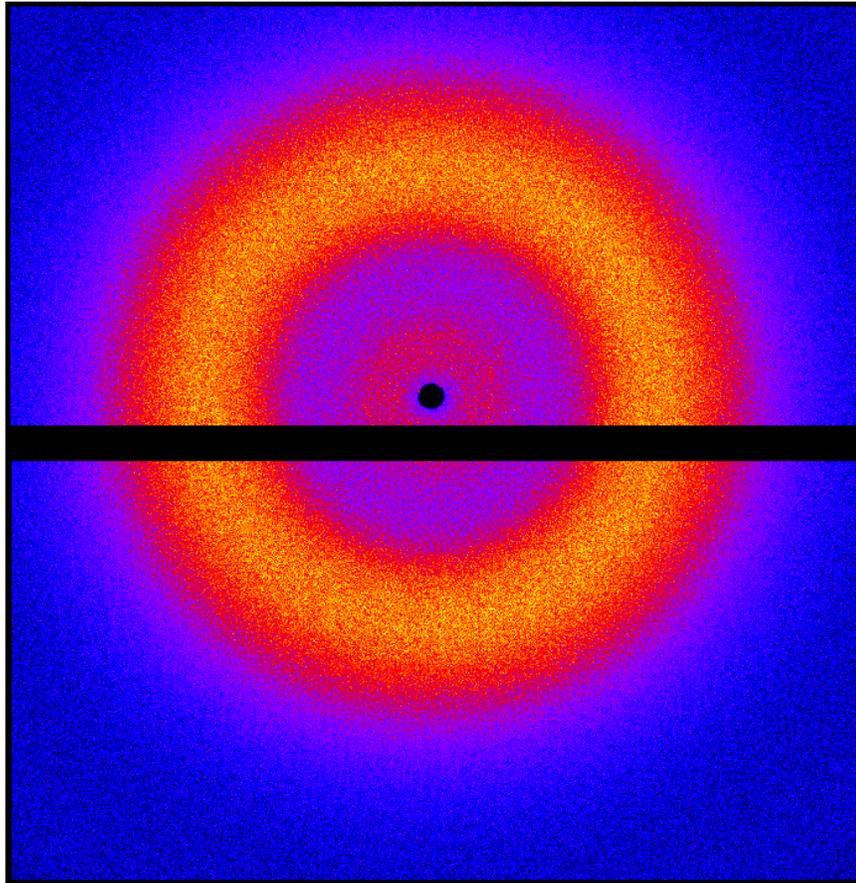
Linkam stage  
HFSX350



- 温度範囲：室温から330°C
- 昇温速度：20°C/min
- 露光時間：1秒

## アプリケーション①：PETフィルムの高速時分割測定結果

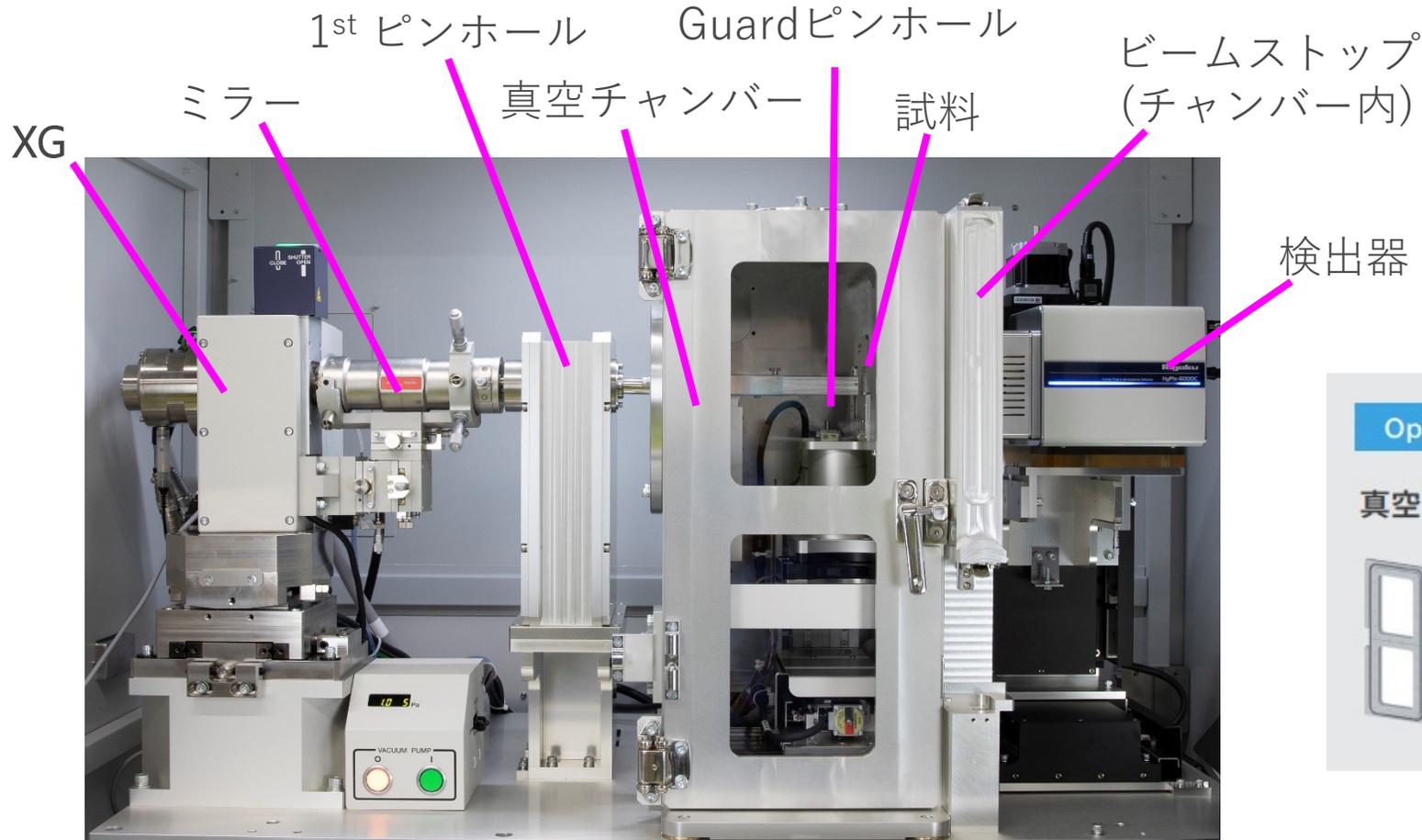
加熱時のPETフィルムの1秒毎の構造変化を高速時分割測定にて観察



←30°Cから330°Cまで連続で測定した画像を繋げた動画

## アプリケーション②：真空チャンバーによる単繊維測定

真空チャンバーを用いてシルクとカーボンファイバー単繊維を観察



**Option Item**

**真空チャンバー**

**試料観察カメラ**

X線と同方向から試料観察することが可能なカメラです。試料変化をカメラで観察しながら測定することができます。



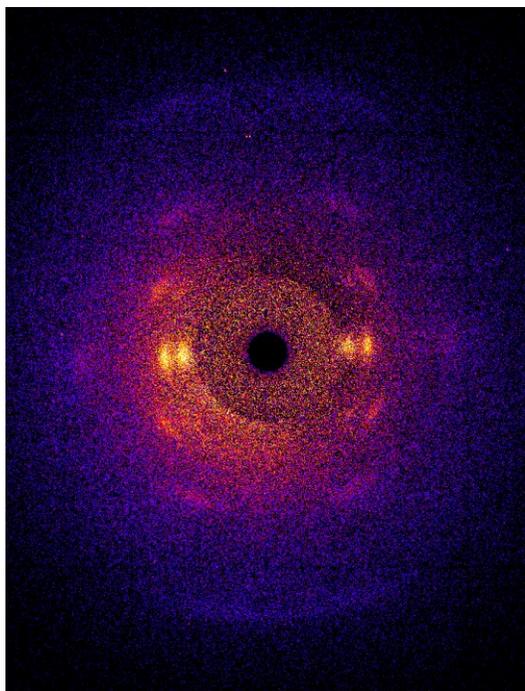
※特注品扱い

## アプリケーション②：真空チャンバーによる単繊維測定

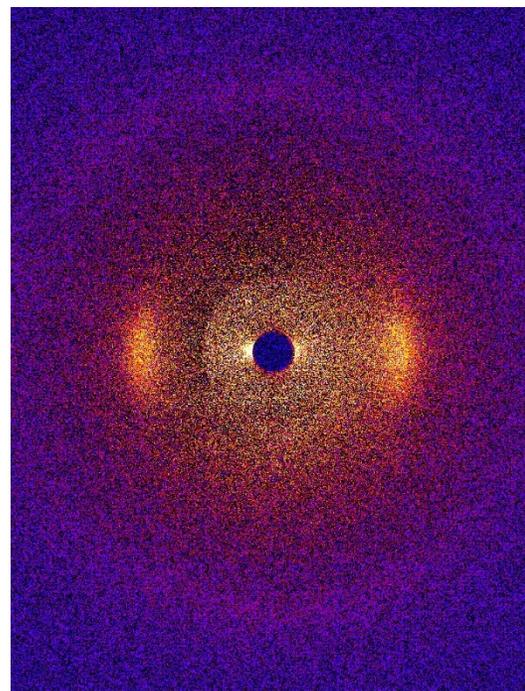
真空チャンバーにより**繊維1本**の構造評価が可能になります。

シルク繊維(左)とカーボンファイバー(右)の測定結果(露光時間30分)

天然シルク繊維



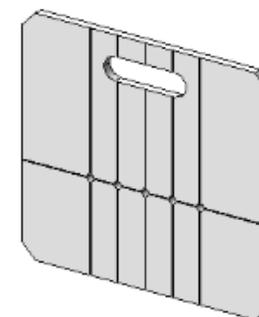
カーボンファイバー



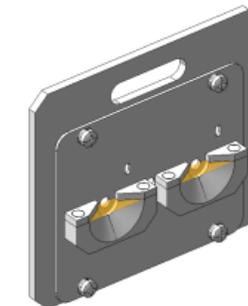
繊維試料アタッチメント



標準セル

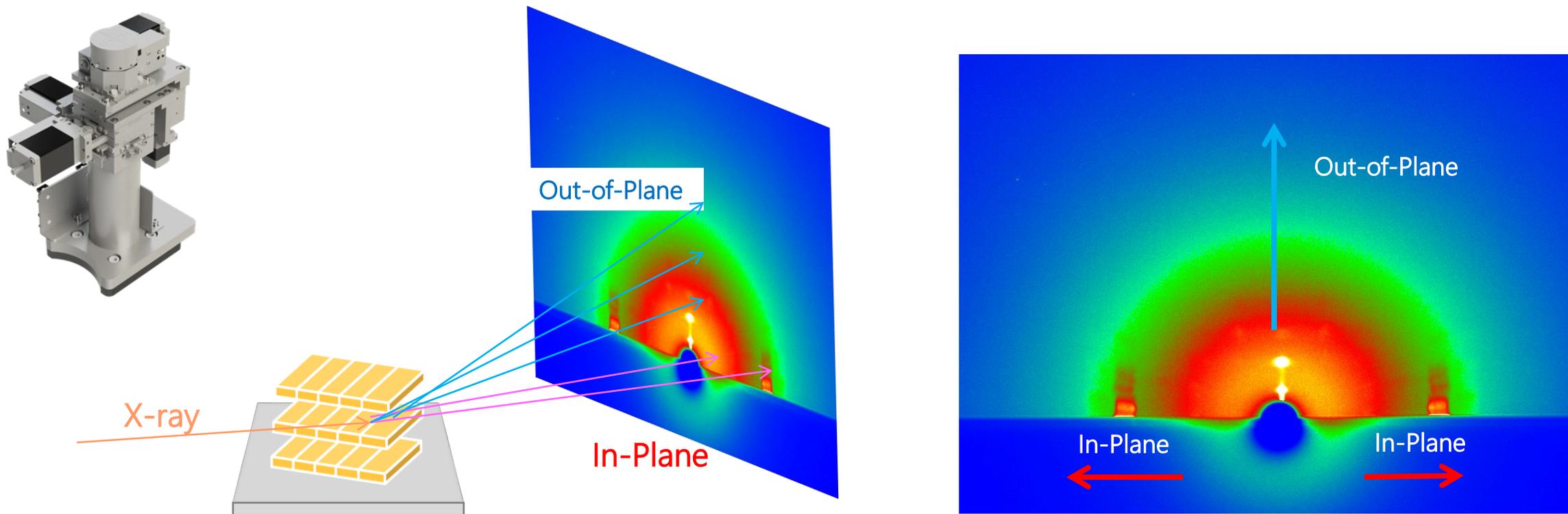


断面フィルムセル



# アプリケーション③：GI-WAXSによる有機薄膜の測定結果

GI-WAXSアタッチメントを利用することで薄膜試料の構造評価が可能



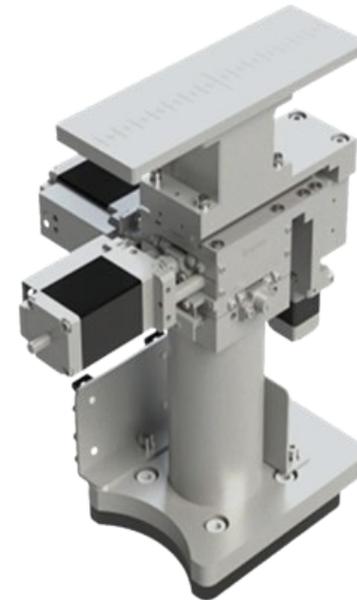
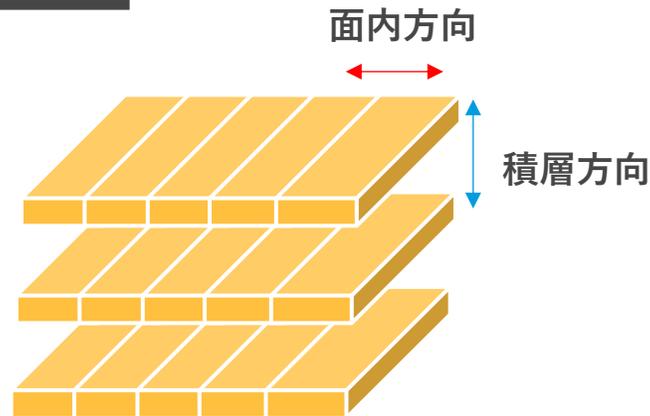
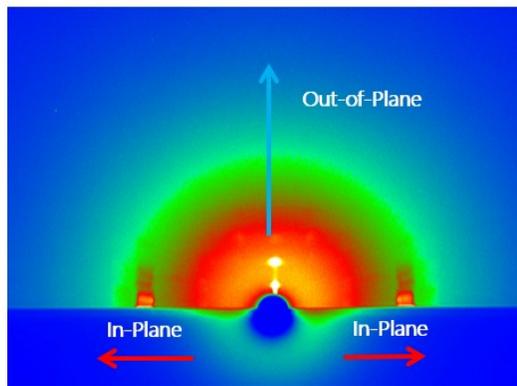
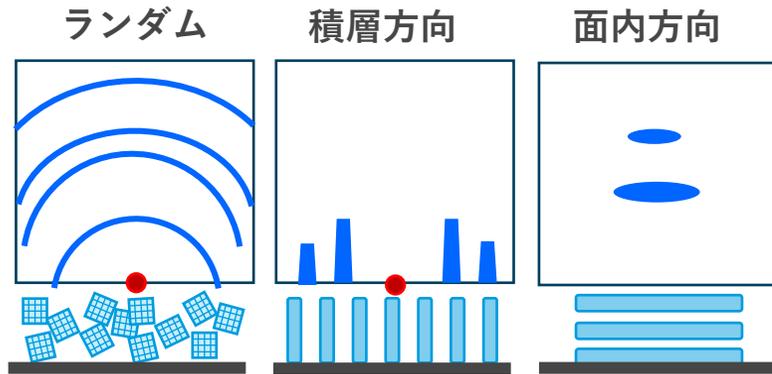
薄膜試料

GI-WAXSの模式図

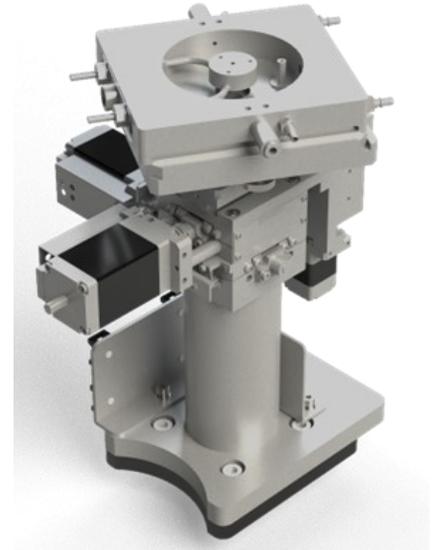
# アプリケーション③：GI-WAXSによる有機薄膜の測定結果

積層方向と面内方向における結晶構造、配向性を把握することが可能

多検体試料用セルやLinkamの加熱ステージと組み合わせも可能



多検体試料セル



加熱ステージとの組み合わせ

# 目次



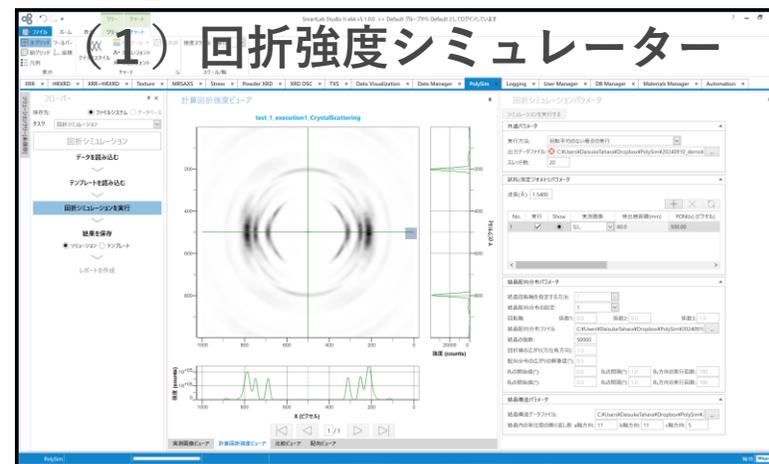
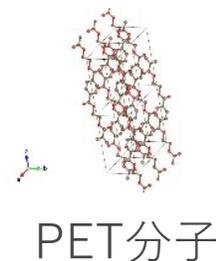
1. 高分子材料評価装置 DicifferX WAXS Edition
2. 解析ソフトウェア PolyOrientX
3. まとめ

# 結晶性高分子構造解析ツール：PolyOrientX

- 主な機能

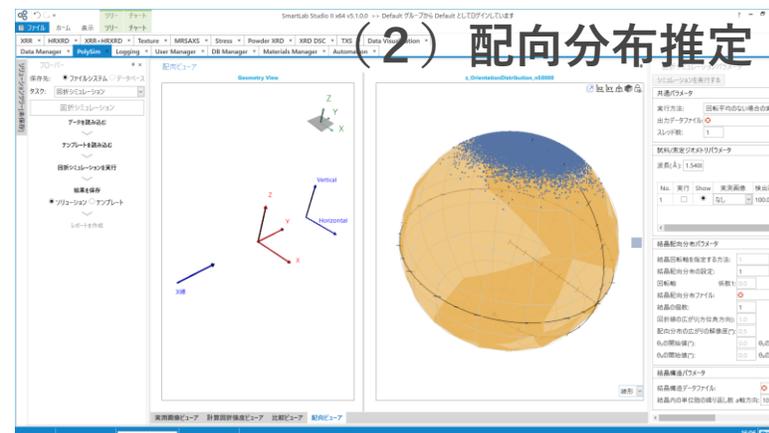
(1) 結晶構造から2D回折パターンをシミュレーション

(2) (実測) 2D回折パターンから3D配向分布情報を推定

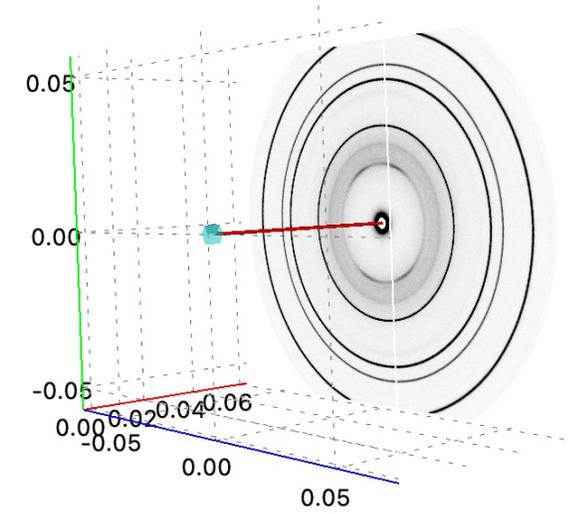
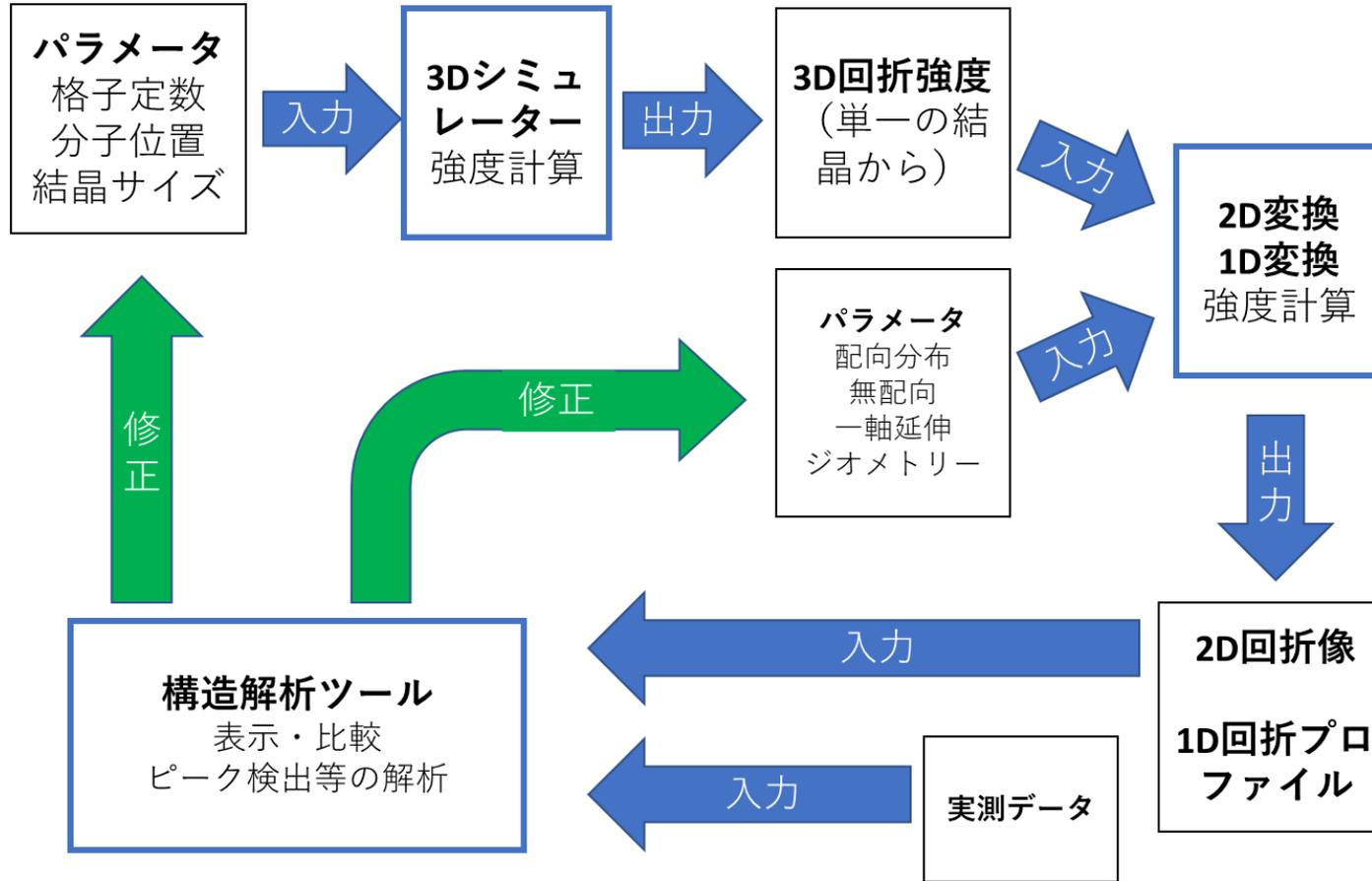


2025年9月 販売開始

備考：(2) は来年春の無償で機能追加予定



# 1. 回折シミュレーター機能



Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>からのWAXS像

結晶性高分子構造シミュレーターの概略図

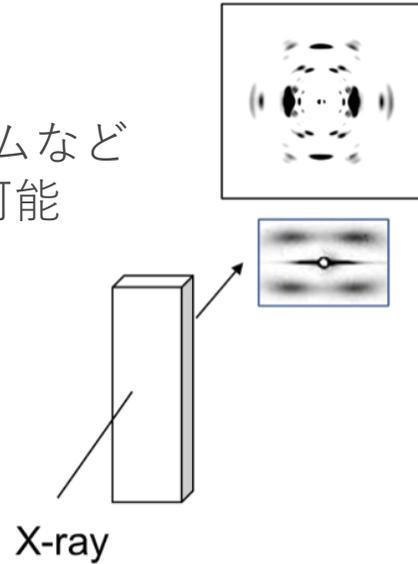
## 2. 配向分布推定機能

一軸配向試料

2D配向分布

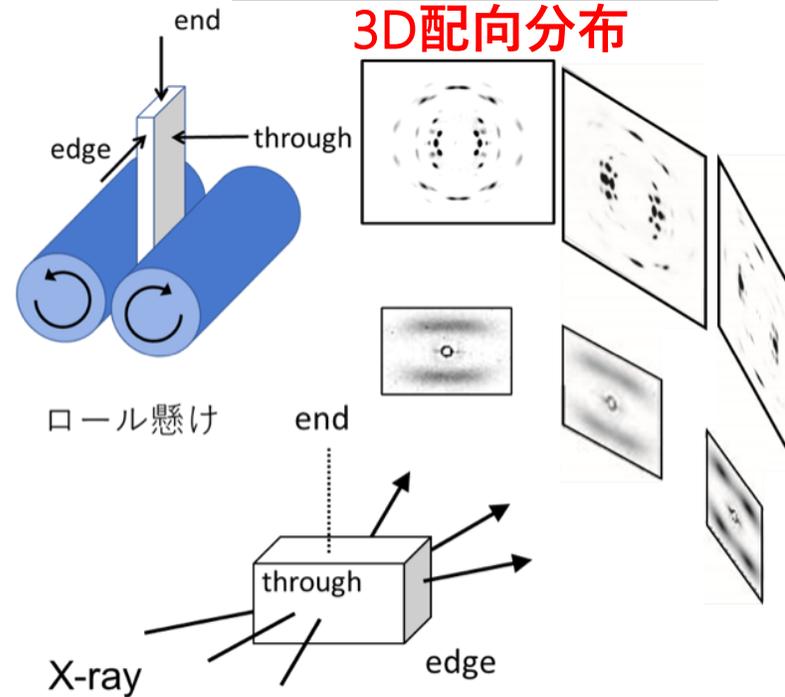
(対象試料)

- 繊維、一軸延伸フィルムなど
- 2D回折像1枚から推定可能



3次元配向試料

3D配向分布



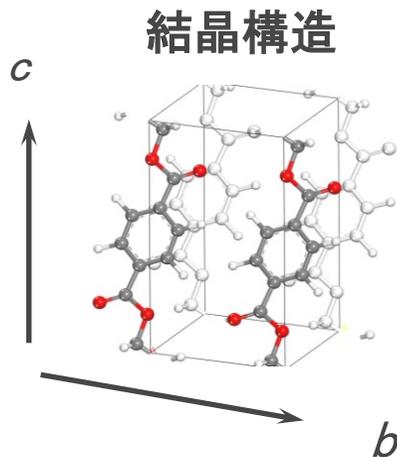
全ての散乱像を矛盾なく再現する3次元構造の構築

€

(対象試料)

- フィルム、バルク
- 単数もしくは複数の2D回折像から推定可能

# 2次元X線回折強度計算

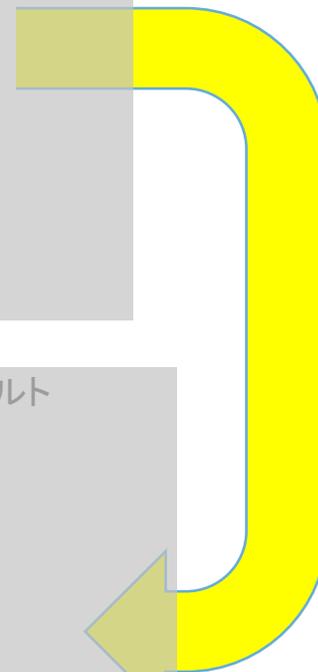
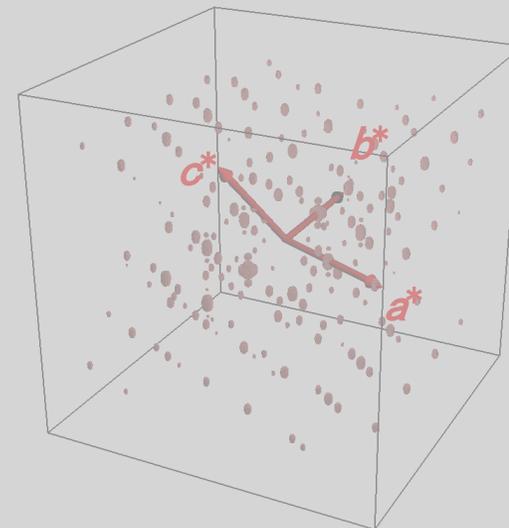


フーリエ変換で  
強度を計算



結晶大きさ、不完全性により  
逆空間での回折点の広がり  
を計算

逆空間での強度分布



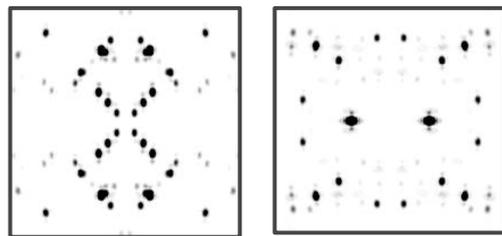
「配向分布がある場合」

分布と対応した回折像の強度  
の和をとることにより、任意の配  
向分布からの回折強度を計算

検出器上での回折強度を計算  
する。

$\psi=0^\circ$

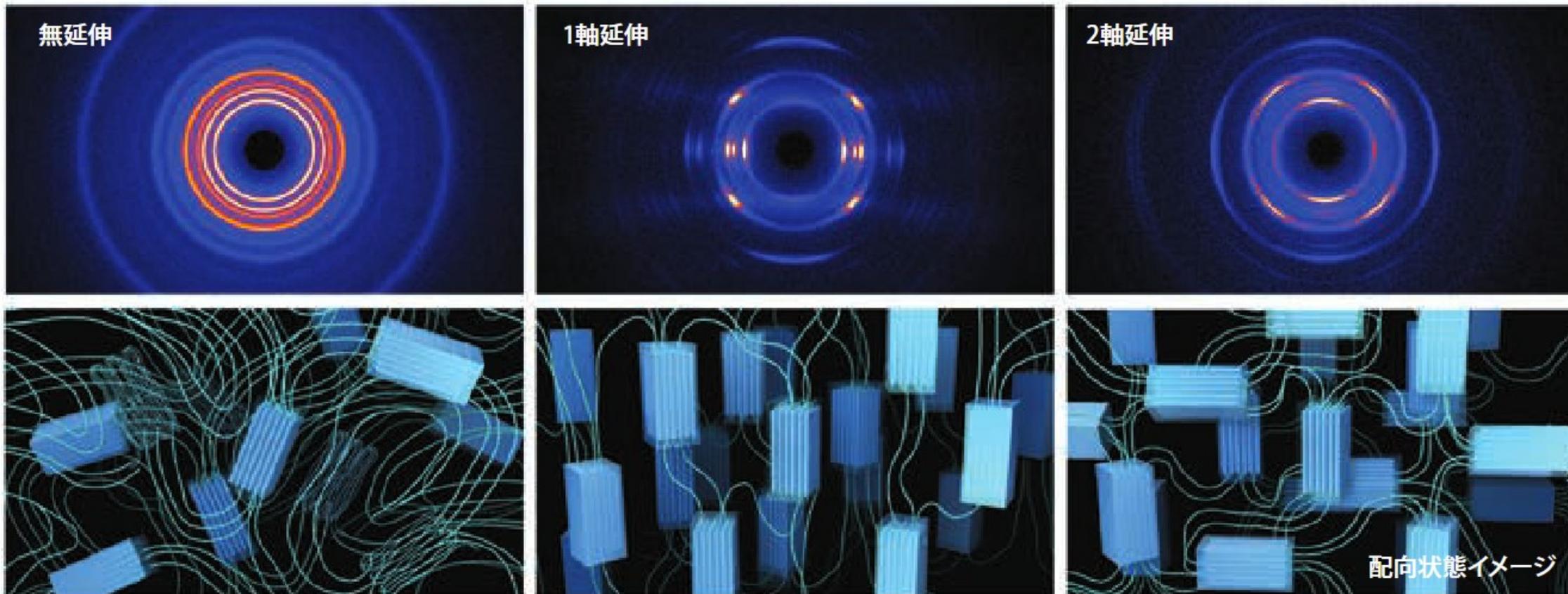
$\psi=90^\circ$



結晶方位に対応したエヴァルト  
球面上の強度を計算する

# 高分子における結晶子と配向分布

透過WAXSによるポリプロピレンの結晶状態観察



# 結晶性高分子回折シミュレーター：GUI

The screenshot displays the 'Crystal Polymer Structure Analysis Tool' interface. At the top, there is a menu bar with 'File' and 'Home' tabs, and a toolbar with icons for 'New Project', 'Open Project', 'Save Project', 'Save Project As', 'Load Measurement Data', 'Load Molecular Data', 'Load Simulation Data', and 'XPS Report'. Below the toolbar, the 'POLYSIM' window is active, divided into two main sections: 'Simulation Parameters' and 'Data Comparison Viewer'.

**Simulation Parameters:** This section includes a 'Simulate' button and a 'Settings' panel with fields for 'Execution method', 'Input File path', 'Output File path', and 'Thread Count'. Below this is a 'Geometry parameters' panel with input fields for 'Distance' (set to 1), 'Centre(X)' (set to 1), 'Centre(Y)' (set to 1), and 'Orientation' (set to 1). A pink arrow points to these fields with the label '各種設定' (Various settings).

**Data Comparison Viewer:** This section contains two side-by-side plots. Each plot shows a 2D diffraction pattern (left) and a 1D profile (right). The 1D profiles are labeled '1次元プロファイル' (1D profile) with a pink arrow. The top plot is labeled '測定データ' (Measurement data) and the bottom plot is labeled 'シミュレーションデータ' (Simulation data) with pink arrows. Both plots include a color scale legend ranging from  $1 \cdot 10^0$  to  $1 \cdot 10^4$ .

At the bottom of the window, there is a status bar with tabs for 'Measurement Data', 'Simulation Data', 'Molecular Structure', and 'Comparison View'. The 'POLYSIM' logo and the Rigaku logo are also visible in the bottom left and right corners, respectively.

# 結晶性高分子回折シミュレーター：GUI

SmartLab Studio II v4.6.0.0 >> Default: グループから Default としてログインしています

Powder XRD x Data Manager x PolySim x Logging x User Manager x DB Manager x

フローバー

保存先: ● ファイルシステム ○ データベース

タスク: シミュレーション

シミュレーション

データを置き換える

条件ファイルを読み込む

シミュレーションを実行

ソリューションを保存

レポートを作成

実測画像ビューア

PET\_s4

強度 (counts)

Y (ピクセル)

度 (counts)

シミュレーションパラメータ

シミュレーションを実行する

共通パラメータ

実行方法: 回転平均のない場合の実行

条件ファイル:

出力データファイル: \*

スレッド数: 1

試料/測定ジオメトリパラメータ

試料-検出器距離(mm): 100.0 PONI(x) (ピクセル): 500.00 PONI(y) (ピクセル):

ピクセルサイズ (mm/ピクセル): 0.1 #x: 1000 #y:

試料の向き(°) オイラー角 $\theta_1$ : 0.0 オイラー角 $\theta_2$ : 0.0 オイラー角 $\theta_3$ :

結晶配向分布パラメータ

結晶回転軸を指定する方法: 1

結晶配向分布の設定: 1

回転軸 係数1: 0.0 係数2: 0.0

結晶配向分布ファイル: \*

結晶の倍数: 1 回折線の広がり(方位角方向): 1.0 配向分:

$\theta_1$ の開始値(°): 0.0  $\theta_2$ の間隔(°): 1.0

$\theta_3$ の開始値(°): 0.0  $\theta_3$ の間隔(°): 1.0

結晶構造パラメータ

結晶構造データファイル: \*

波長(Å): 1.0054

結晶内の単位胞の繰り返し数 a軸方向: 10 b軸方向: 10 c軸方向: 10

アプリ、設定、ドキュメントの検索

すべてのアプリ >

ピン留め済み

Edge Word Excel PowerPoint メール カレンダー

Microsoft Store フォト 設定 Microsoft 365 (Office) Prime Video 電卓

クロック メモ帳 ペイント エクスプローラー ヒント Epson Scan 2

おすすめ

Capture0.png 6 分前 PET\_s4.img 16 秒前

exec.dat 6 分前 研究3 5 時間前

一般3 5 時間前 須中博\_まとめ.jpg 昨日 21:58

その他 >

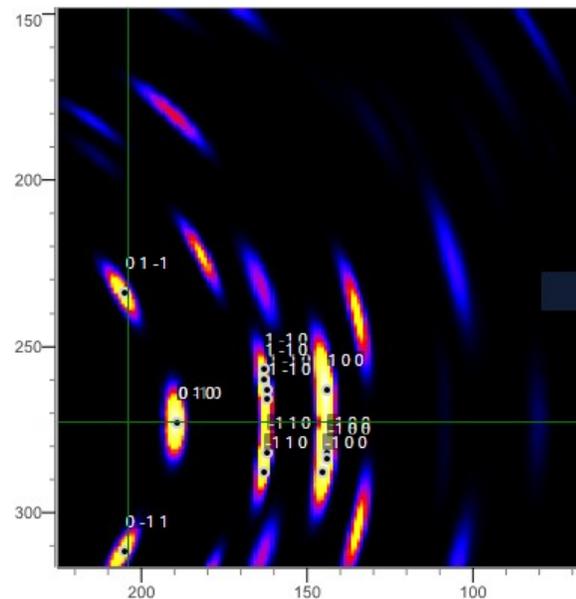
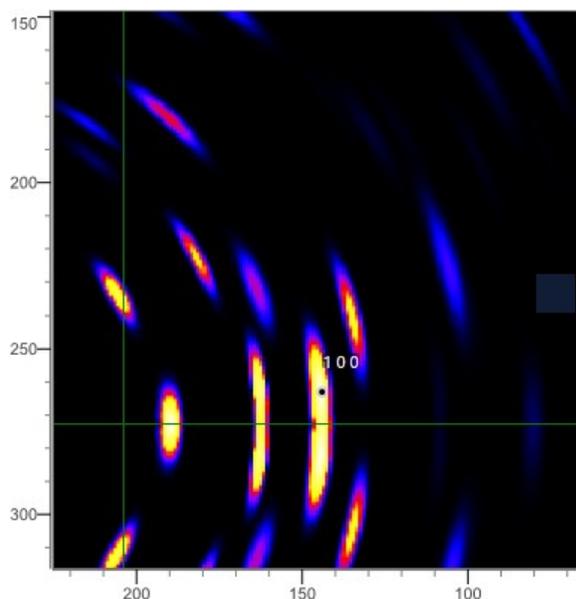
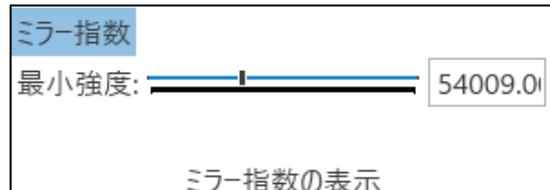
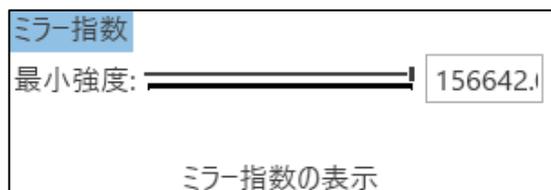
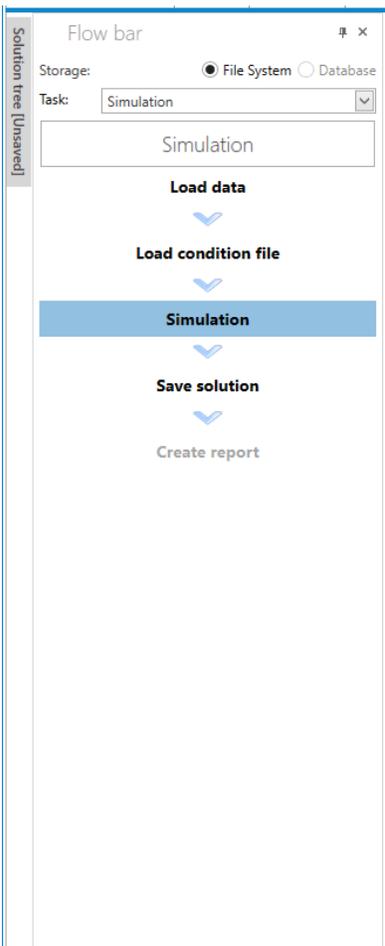
山本第一

24°C くら

16:21 2023/06/08

# 回折指数表示機能：シミュレーター

## 回折ピーク・リスト

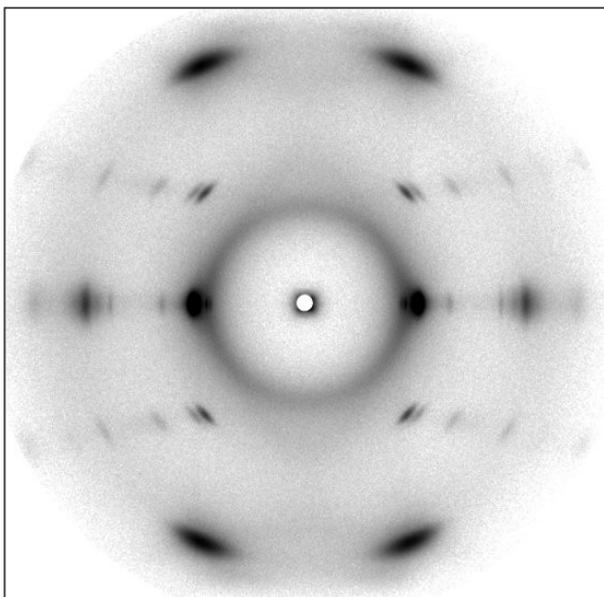


h	k	l	X position	Y position	Intensity
1	0	0	144	163	156642.0
-1	0	0	144	282	154024
-1	0	0	144	284	149231
-1	1	0	162	282	135317
1	-1	0	162	266	126500
1	-1	0	163	260	120325
-1	0	0	145	288	118899
-1	1	0	163	288	105465
1	-1	0	163	257	97332
0	-1	1	205	312	71461
0	-1	0	189	273	70843
0	1	0	189	273	70830
0	1	-1	205	234	70788
1	-1	1	134	303	49784
...	...				

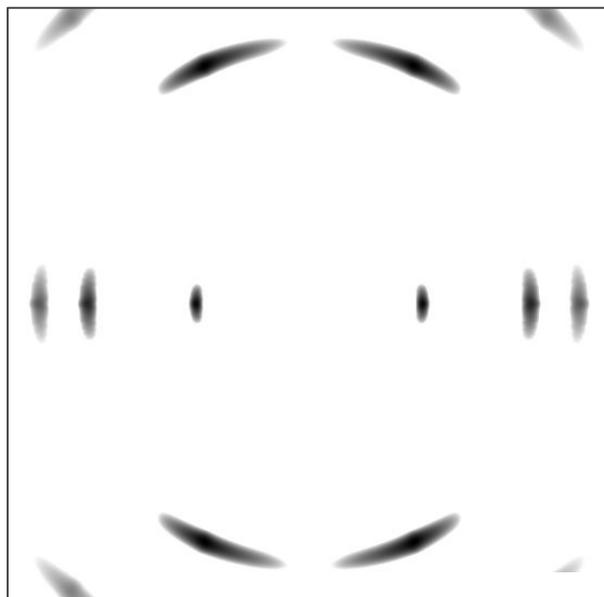
# (1) PVDF 一軸延伸試料

市販PVDF釣糸のWAXD像

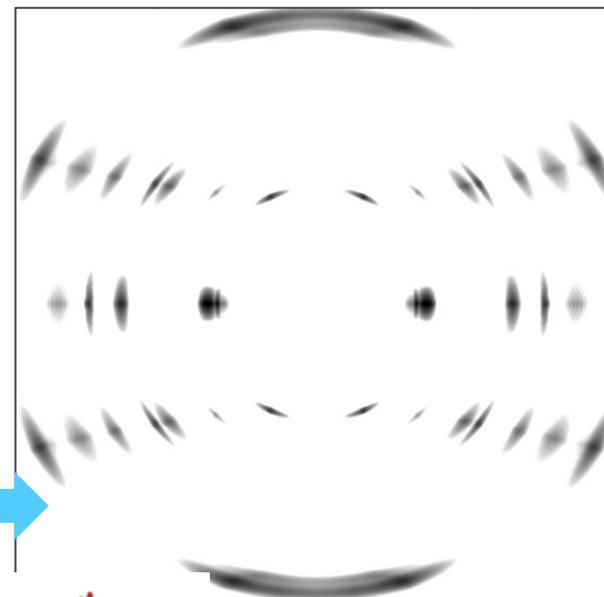
延伸軸からのc軸のtilt :  $\beta = 0^\circ$   
 配向分布幅 :  $\sigma = 4.5^\circ$   
 で回折像をシミュレーション



実測

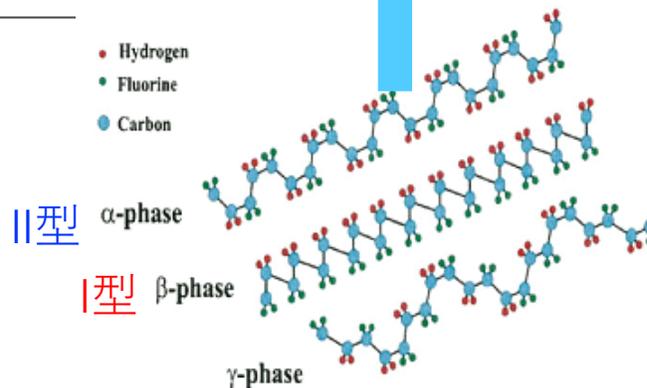


I型



II型

結晶構造 + 「配向情報」 (3D配向分布表示を追加)

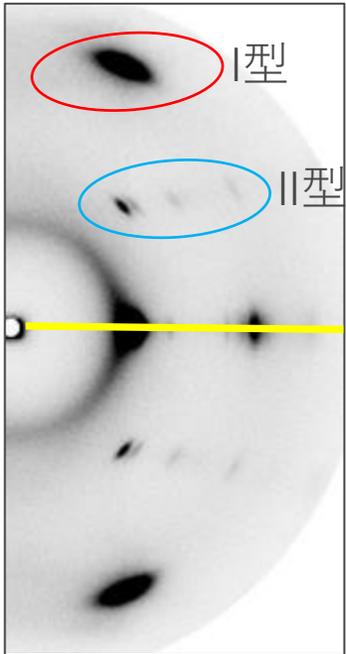


結晶構造の参考文献

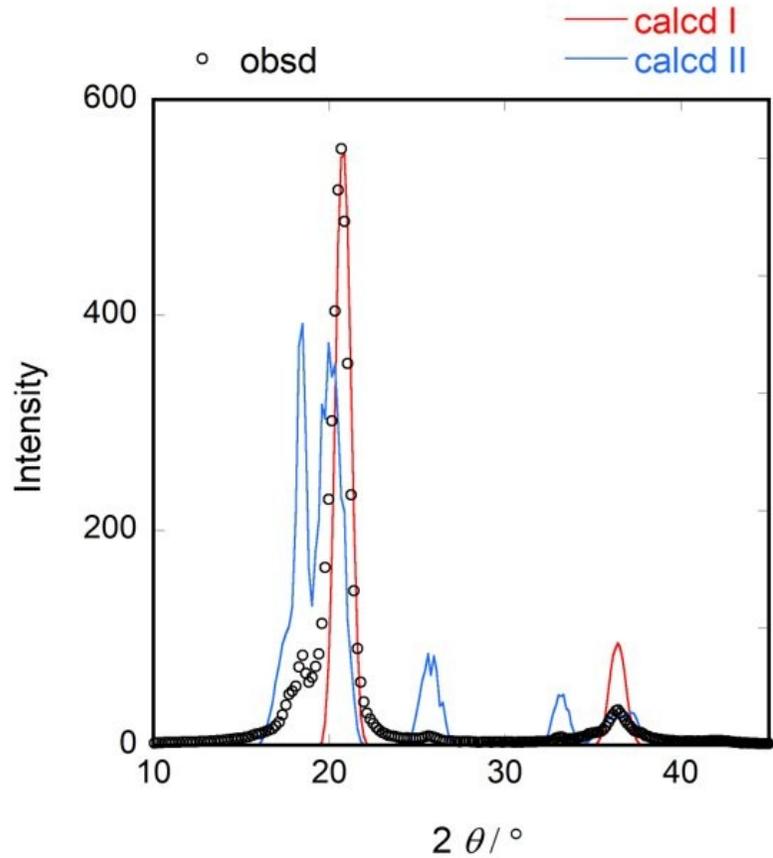
Hasegawa R. *et al.* *Polym. J.* 1972, 3, 600-610.

# (1) PVDF 一軸延伸試料

温度因子は文献値を考慮 (等方性温度因子)

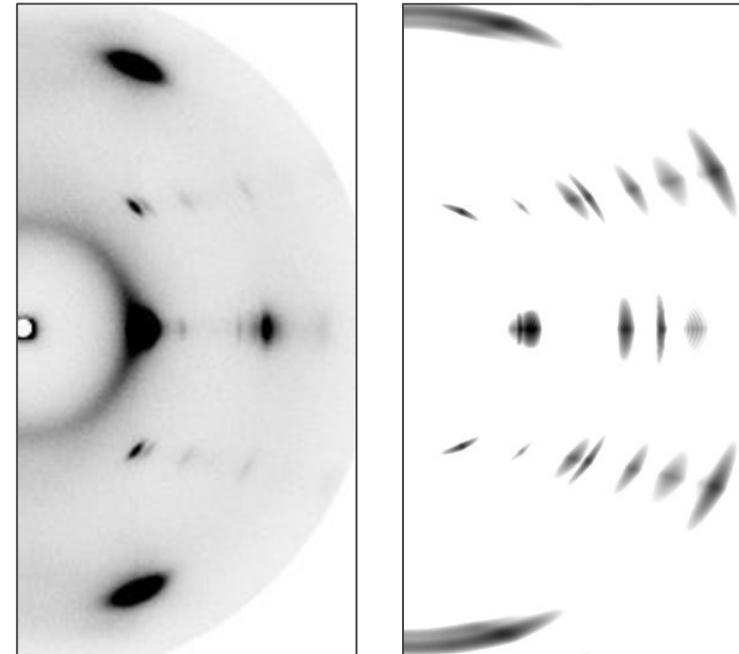


I型とII型の配向



赤道プロファイル

実測像では、I型、II型の両方の回折が観測  
(II型は安定相、延伸によりI型が現れる)



# 目次



1. 高分子材料評価装置 DicifferX WAXS Edition
2. 解析ソフトウェア PolyOrientX
3. まとめ

## まとめ

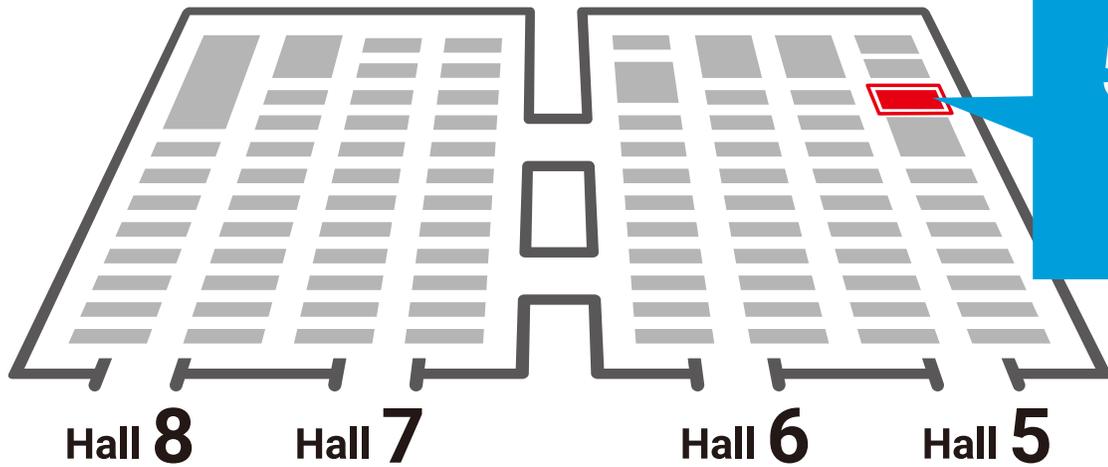
- 最新の高分子材料評価技術について、ハードウェア面とソフトウェア面でのそれぞれの進展についてご紹介しました。
- 2D-WAXD装置DicifferX WAXS Edition は非常に高い輝度を実現し、実験室でのIn-situ実験の実現など研究の幅が広がることが期待されます。
- 結晶性高分子材料の配向制御に着目し、2D回折像を活用した解析技術をご紹介しました。3D配向分布情報により、さらに精密な構造制御に関する研究が進展することが期待されます。



リガクウェブサイトの右上のボタン  
「**専門家に相談する**」より  
お問い合わせください



ぜひ、リガクブースへ  
お立ち寄りください！



 Rigaku

5 ホール 入って直進！

5A-801



