



Fraunhofer
EZRT

Entwicklungszentrum Röntgentechnik
des Fraunhofer-Instituts für
Integrierte Schaltungen IIS

Nanostrukturanalyse/ Nanostructural analysis

Röntgenklein- und Weitwinkelstreuung/
Small and wide angle X-ray scattering

Motivation

Röntgen-Kleinwinkelstreuung (engl.: small-angle-X-ray-scattering, SAXS) ist eine gängige Methode zur Materialcharakterisierung. Mögliche Proben können sowohl in fester Phase (z. B. Pulver, Legierungen, Aerogele, Holz, Collagen) als auch als Lösung (z. B. kolloide Lösungen, Polymer-Lösungen, stabilisierte Nanopartikel-Lösungen, Wirkstoff-Formulierungen) untersucht werden. Diese Streumethode findet nicht nur in der Grundlagenforschung und Entwicklung ihre Anwendung, sondern auch bei der Qualitätskontrolle in der In-Line Prüfung.

Benutzerdefinierte Installation

Mit dem derzeitigen SAXS/WAXS-Setup kann der Abstand von Probe und Detektor stufenlos zwischen 6 cm und 3,5 m eingestellt werden. Dadurch ist eine Kombination von Klein- und Weitwinkel-Messungen ohne Probenwechsel und Umbau möglich. Die resultierenden reduzierten Streuprofile liefern bei geeigneten Proben extrem hohe Streuintensitäten und über drei volle Größenordnungen ($0,005\text{--}5\text{\AA}^{-1}$) im Impulsübertrag Q (Abb. 1). Mit einem USAXS Modul kann der Messbereich bis zu $2 \times 10^{-5} \text{\AA}^{-1}$ erweitert werden.

Grundsätzlich lassen sich mit SAXS Informationen über die

- Größe und Form der Bestandteile der Probe
- Strukturierung der Probe
- Ausrichtung der Partikel

gewinnen. Im Gegensatz zu der Elektronenmikroskopie sind die so gewonnenen Ergebnisse nicht nur für eine kleine Stichprobe gültig. Durch die Mittelung über eine sehr große Anzahl an Partikeln in der Probe sind statistisch aussagekräftigere Angaben möglich, z. B. für die Größenverteilung.

Die Probenkammer ist so flexibel gestaltet, dass die unterschiedlichsten Probenumgebungen darin Platz finden. Da die Software offen ist, können auch eigene vom Kunden entwickelte Probenumgebungen integriert und automatisiert werden. Zusätzlich kann die gemessene Intensität so kalibriert werden, dass sie dem differentiellen Wirkungsquerschnitt des zugrundeliegenden Streuprozesses entspricht. Durch eine solche Kalibration lassen sich komplexere Eigenschaften bestimmen, wie die Elektronendichteverteilung in der Probe oder das Hydrationsniveau von Kolloiden in Lösung.

Motivation

Small-angle X-ray scattering (SAXS) is a common method for material characterization. Possible samples can be investigated both in solid phase (e.g. powders, alloys, aerogels, wood, collagen) and as solution (e.g. colloidal solutions, polymer solutions, stabilized nanoparticle solutions, drug formulations). This scattering method finds its application not only in basic research and development, but also in quality control during in-line testing.

Custom Setup

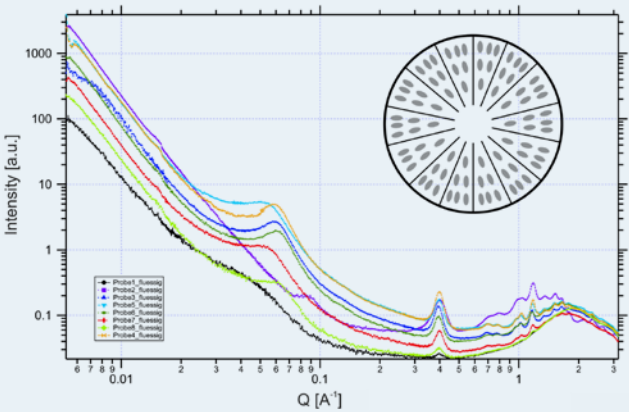
With the current SAXS/WAXS setup, the distance between sample and detector can be continuously adjusted between 6 cm and 3.5 m. This allows a combination of small and wide angle measurements without sample change and changing the setup. The resulting reduced scattering profiles provide extremely high scattering intensities and over three full orders of magnitude ($0.005\text{--}5\text{\AA}^{-1}$) in momentum transfer Q for suitable samples (Fig. 1). With a USAXS module the measuring range can be extended down to $2 \times 10^{-5}\text{ \AA}^{-1}$.

In principle, SAXS can be used to obtain information about the

- size and shape of the components of the sample.
- structure of the sample.
- orientation of the particles.

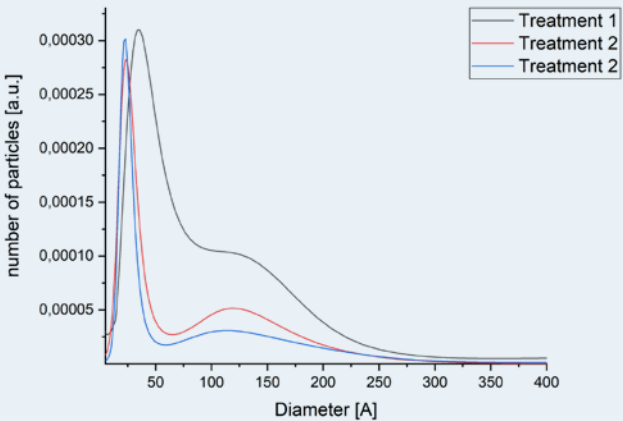
In contrast to electron microscopy, the results obtained in this way are not only valid for a small sample. By averaging over a very large number of particles in the sample, statistically relevant information are possible, e.g. for the size distribution.

The sample chamber is designed to be flexible enough to accommodate a wide variety of sample environments. Since the software is open, custom sample environments developed by the customer can also be integrated and automated. In addition, the measured intensity can be calibrated to match the differential cross section of the underlying scattering process. Such calibration can be used to determine more complex properties, such as the electron density distribution in the sample or the hydration level of colloids in solution.



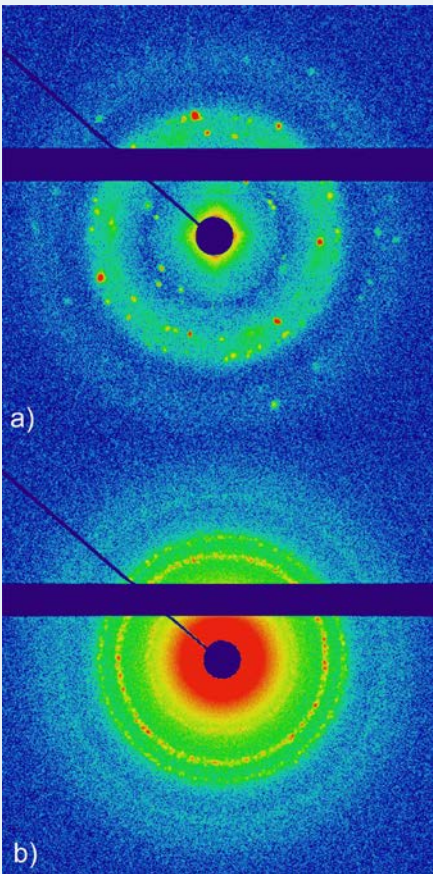
Auftragung der reduzierten Streuprofile in Wasser gelöster Pflanzenstärke. Jede der abgebildeten Kurven ist aus vier Einzelmessungen zusammengesetzt. Die gesamte Messdauer für eine Kurve beträgt 8 Stunden. (Abb. 1)

Plot of the reduced scattering profiles of plant starch dissolved in water. Each of the curves shown is composed of four individual measurements. The total measurement time for one curve is 8 hours. (Fig. 1)



Größenverteilung von Nanodiamanten die mit verschiedenen Sortiermethoden getrennt wurden (Treatment 1-3) um kleine Partikel zu erhalten. (Abb. 2)

Size distribution of nanodiamonds separated by different sorting methods (Treatment 1-3) to obtain small particles. (Fig. 2)



Streusignal für eine 30 gewichtsprozentige (wtp) wässrige Pluronic-P123-Lösung ohne a) und mit b) stabilisierten Cadmiumsulfid-Nanopartikeln bei einer Temperatur von 30°C (Belichtungszeit: jeweils zwei Stunden). In a) ist deutlich die flüssig-kristalline Phase der entstehenden Mizellen der wässrigen P123-Lösung anhand der auftretenden Bragg-Reflexe zu erkennen. Durch die Stabilisierung von Cadmiumsulfid-Nanopartikeln in b) verändert sich das Detektorbild drastisch. (Abb. 3)

Scattering signal for a 30 weight percent (wtp) aqueous Pluronic P123 solution without a) and with b) stabilized cadmium sulfide nanoparticles at a temperature of 30°C (exposure time: two hours in each case). In a), the liquid crystalline phase of the micelles can be clearly seen due to the Bragg reflections that appear. The stabilized cadmium sulfide nanoparticles in b) drastically changes the detector image. (Fig. 3)

Vorteile und Nutzen

- Variable Größe des einfallenden Röntgenstrahls angepasst an Anforderung
- Rastern mit kleinem Strahldurchmesser zur Analyse von Unterschieden in einer Probe
- statistische Aussage über die Größenverteilung der zu analysierenden Teilchen
- Messung der Proben in der gewünschten Probenumgebung
- Aussagekräftige Informationen im Bereich weniger nm im Vergleich zu Bildgebenden Methoden

Ausstattung

Röntgen- quelle	Hochleistungs-Mikrofokus Drehanoden Röntgenquelle Brillante Mikrofokus Röntgenquelle (Luftgekühlt)
Optik	Parabolischer oder hyperbolische Multilayer Optik
Kollimatoren	Streuarmlen (scatterless) und automatisierte Blenden
Achsen	je 3-Linearachsen für Detektor- und Proben- positionierung, zusätzlich eine 360°-Rotationsachse für Probendrehbarkeit
Probenum- gebungen	Halterung für bis zu 8 feste Proben, Kapillarhalterung für bis zu 10 Kapillaren Optional Halterung mit Heizung für 1 Kapillare (Temperaturbereich: 5 – 80 °C) Optionaler Halter für Pulver mit definierter Dicke
Detektoren	SAXS/WAXS Detektor Dectris EIGER 1M (1035 x 1065 Pixel, Pixelgröße: 75 µm) Optional WAXS Detektor

Spezifikationen

Proben-Detektor Abstand	stufenlos zwischen 6 cm und 3,2 m
verwendete Wellenlänge	1.5 Å (Cu-Kα1)
effektiver Q-Bereich	0.005 – 5 Å ⁻¹
zugehörige Größen im Realraum	5 Å – 150 nm
Optional USAXS	Bis zu 2 x 10 ⁻⁵ Å ⁻¹
Strahlgröße	Zwischen 300µm und 1 mm (Kleinere Durchmesser mit anderen Optiken möglich)

Advantages and benefits


- Variable size of incident X-ray beam adapted to requirements
- Screening with small beam diameter to analyze differences in a sample
- Statistical information about the size distribution of the particles
- Measurement of samples in the desired sample environment
- Statistically reliable information in the range of a few nm compared to imaging methods

Equipment

X-ray source	High-power micro-focus rotating-anode X-ray source Brilliant micro-focus X-ray source (air cooled)
Optics	Parabolic or hyperbolic multilayer
Collimation	Scatterless and automated slits
Linear motion	3 linear axes each for detector and sample positioning, additionally a 360° rotation axis for sample rotatability
Sample environment	Sample holder for up to 8 solid samples, capillary holder for up to 10 capillaries Optional holder with heater for 1 capillary (temperature range: 5 – 80 °C) Optional holder for powders with defined thickness
Detector	SAXS/WAXS Detector Dectris EIGER 2 1M (1035 x 1065 Pixel, Pixel size: 75 µm) Optional WAXS Detector

Specifications

Sample detector Distance	Stepless between 6 cm and 3,2 m
Used wavelength	1.5 Å (Cu-Kα1)
Q-Scale	0.005 – 5 Å ⁻¹
Associated quantities in real space	5 Å – 150 nm
Optional USAXS	Down to 2 x 10 ⁻⁵ Å ⁻¹
Beamsize	Between 300µm and 1 mm (smaller diameters possible with other optics)



**Entwicklungszentrum
Röntgentechnik EZRT
ein Bereich des Fraunhofer-Instituts
für Integrierte Schaltungen IIS**

Institutsleitung
Prof. Dr.-Ing. Albert Heuberger
(geschäftsführend)
Prof. Dr.-Ing. Bernhard Grill
Prof. Dr. Alexander Martin

Am Wolfsmantel 33
91058 Erlangen
Telefon +49 9131 776-0
info@iis.fraunhofer.de
www.iis.fraunhofer.de

Bereichsleitung
Dr. rer. nat. Norman Uhlmann

Flugplatzstraße 75
90768 Fürth
Fax +49 911 58061-7599
info-ezrt@iis.fraunhofer.de

Kontakt
Bernhard Schummer
bernhard.schummer@iis.fraunhofer.de