# BL40XU

# High-flux (多目的)BLからSAXS専用BLへ

JASRI 散乱・イメージング推進室 関口博史

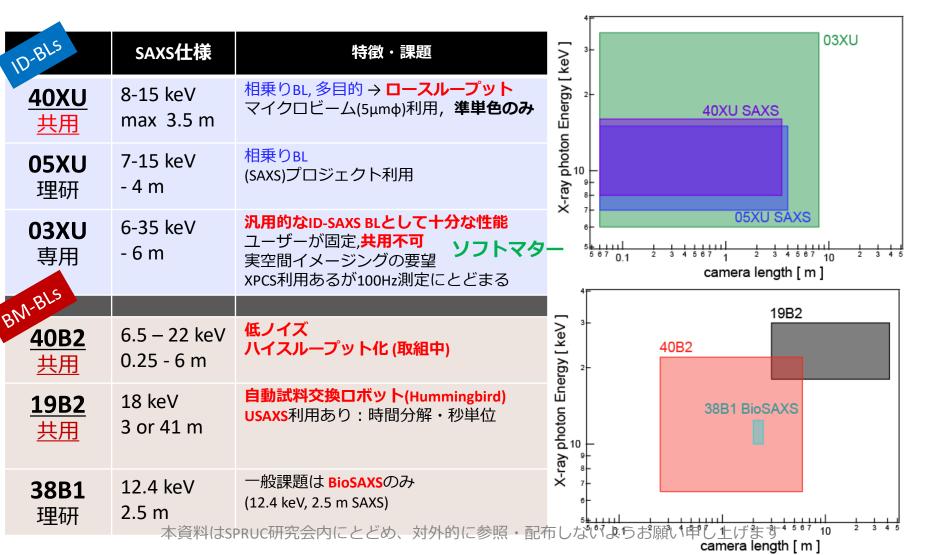
- SAXS-BLs再編
  - SAXS-BLs の現状、課題
  - BL40XU改修について

# SPring-8 SAXS BLの現状 課題

顕在化した課題

#### • サイト内に複数のSAXS-BLが存在し、アクティビティが分散

- 多様な試料・計測レンジ(時間・空間)ニーズへの対応が不十分
- → 共用・SAXS専用ID-BLへの強い要望(μビーム、高時間分解計測、XPCS)



# SAXS・BL再編の狙い

- SAXS BL群の再編ワーキンググループを立上げ(FY2021)、 SAXS/WAXS装置群の配置最適化を検討
- 再編の核となるSAXS専用の-ID-BL(40XU)改修案を策定

#### 再編で何をめざすか?

#### 使いやすさ

Measurement

- 散乱測定の一通りの測定・解析のスループットを向上
- ・必要な測定を必要なタイミングで必要な時間に (Just-in-time!) →新規ユーザー、研究分野の参入障壁を減らす

BL40B2 ハイスループット化

#### 高性能化

階層構造の時間発展計測の深化(USAXS、μビーム、高エネルギー利用) 反応容器内の可視化、その場観察

Measurement

材料の創製プロセスへの貢献、反応条件の評価・最適化

BL40XU改修+ RIKEN-SAXS-BLs との連携

#### 新たな評価軸の提供

- 高時間分解 XPCS, 散乱CT(SAXS-CT), 散乱とイメージング同時計測

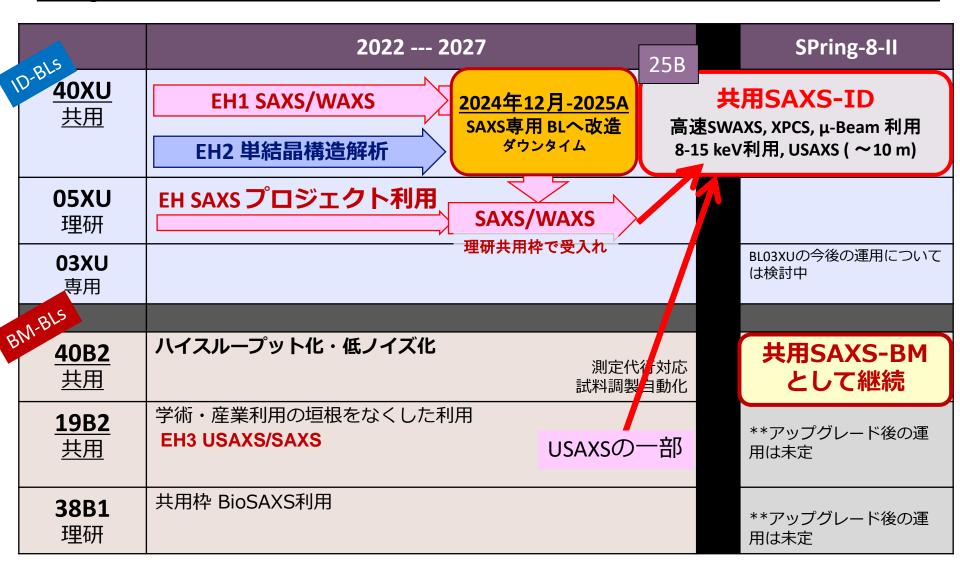
**Experiment** 

- →トライボロジー(摩擦)、テクスチャー(歯ごたえ、粒状感)の解析
- →柔らかいサンプル(ソフトマター、食品)

新規研究分野の開拓、新たな評価軸の提供

# SAXS BLsの再編

#### SPring-8アップグレード計画をみすえ、課題克服に向けて段階的にBLの再編成を実施



# XS, XPCS

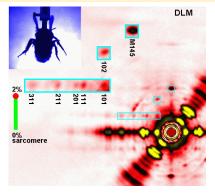
# BL40XU SAXS専用BL化で目指すこと

### 幅広い階層性を有する試料[ソフトマター]の構造・ダイナミクス計測

- 一過性の現象 (破壊・生成プロセス)をとらえる
- 局所・界面での動的評価/トライボロジー

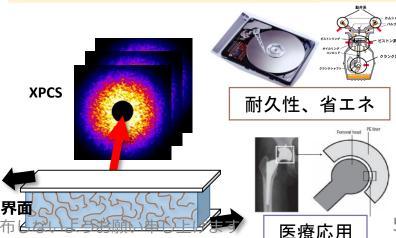
#### µスケール構造 ナノ構造体 細胞 ms 球晶 タンパク質 μs---ns---原子・分子 秩序構造 ps メラ構造 10-9 10-10 $10^{-8}$ $10^{-5}$ $10^{-7}$ $10^{-6}$ 構造スケール [m] WAXS/SAXS/USAXS, XPCS

#### In situ, in vivo階層構造ダイナミクス



Iwamoto and Yagi, Science 341, 1243 (2013)

#### トライボロジー:摩擦界面でのダイナミクス



本資料はSPRUC研究会内にとどめ、対外的に参照・配布と

# BL40XU SWAXS専用BL化 → 要・改修

## 幅広い階層性を有する試料[ソフトマター]の構造・ダイナミクス計測

- 一過性の現象 (破壊・生成プロセス)をとらえる
- 局所・界面での動的評価/トライボロジー

#### 必要とされる性能と改修案

[小角分解能] µメートルスケール (q<sub>min</sub> = 0.006 nm<sup>-1</sup>) カメラ長 10 m → XPCS , (CDI) 利用

[高速測定] サブミリ秒散乱計測

高フラックスビーム:  $ID準単色ビーム利用 \sim 10^{15} phs$ 検出器更新: 高速積分型・次世代検出器 CITIUS導入

[ビームサイズ] µm〜sub-µm、非集光ビームの切り替え利用 ウォルターミラー集光光学系の導入 → 需要多い 12.4 keV, 2 m SAXSに最適化

[X線エネルギー] 8~15 keV
[階層構造,XPCS] 準単色 – 単色ビーム切替え
(退避可能な) ダブルチャンネルカットモノクロメーター
主ターゲットはソフトマター (40XUで20 keV以上の利用は想定しない)
コヒーレントX線利用実験では8~12 keV中心

[階層構造] SAXS/WAXS同時計測システム常設 CITIUS検出器・カスタマイズ:開口付きWAXS検出器+SAXS検出器

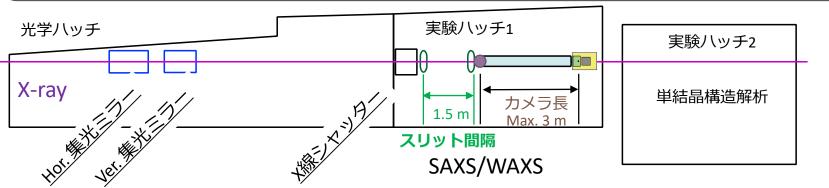
[解析インフラ] 主に XPCS, SAXS-CT解析

SPring-8 データセンター活用 本資料はSPRUC研究会内にとどめ、対外的に参照・配布しないようお願い申し上げます

# BL40XU 現状と改修後(SAXS専用BL化)

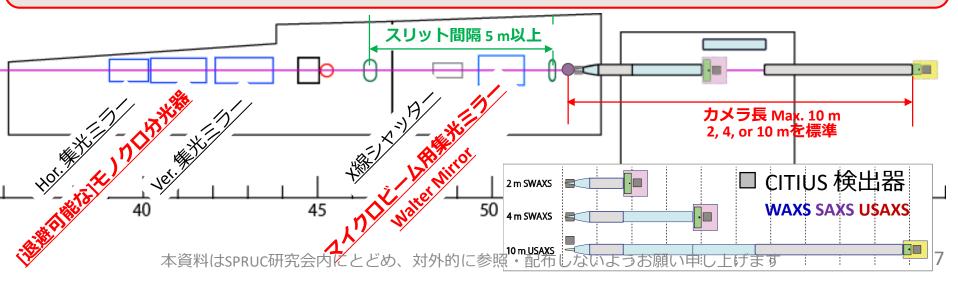
#### 40XU現状

- ・ ヘリカルアンジュレータ
- 準単色X線(ハイフラックス)利用 (8-15 keV)
- EH1: SAXS/WAXS, EH2: 単結晶構造解析
- SAXS カメラ長 3.5 mがMAX (第一八ッチ内)
- 用途に合わせて検出器・使い分け



# 40XU改修後

- **SAXS ID**
- 標準IDへ入れ替え
- 準単色/単色の切り替え利用 (8-15 keV +α)
- サンプル位置は第一八ッチ下流に固定
- カメラ長 10 m確保(2 m, 4 m or 10 m)
- CITIUS検出器 3種類(W,S,U)を段階的に導入
- マイクロビーム集光

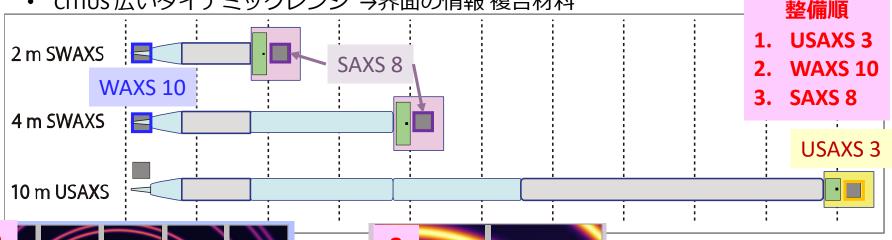


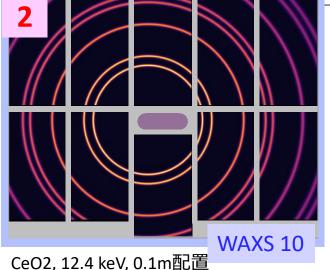
# 改修BL40XU: CITIUS検出器 (段階的に導入)

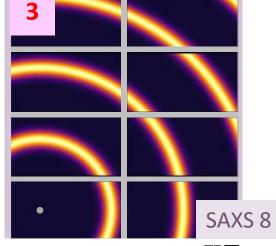
#### 階層構造の時間分解計測:空間的/時間的に取りこぼしのない検出器

- 開口付き・WAXS検出器と、SAXS/USAXS検出器の組み合わせ
- ✓ 据え置き利用を想定(WAXS/USAXS): 検出器・使い分けからの脱却
- CITIUS 高フレームレート(17 kHz)→ 一過性の高速現象
- CITIUS 広いダイナミックレンジ →界面の情報 複合材料

西野玄記(JASRI, 理研) 東末敏明、初井宇記(理研)他









XPCSに活用

Collagen, 12.4 keV, 10 m

 $0.012 - 0.32 \, \text{nm}^{(-1)}$ 

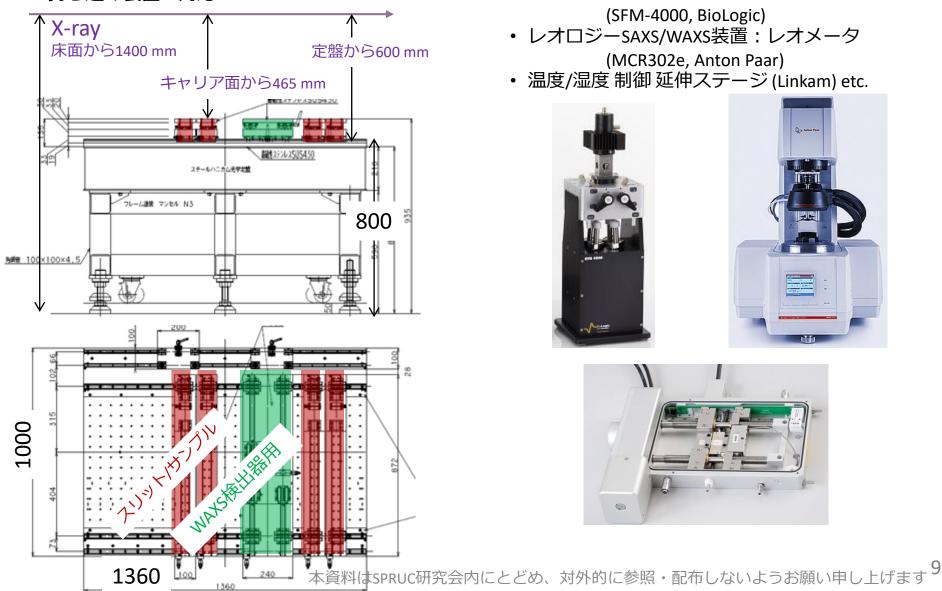
AgBh, 12.4 keV, 2 m (offset配置)

10.502に参照、4回存みないようお願い申し上げます 4.3 - 48. 香料物(四分) 研究会内に

# サンプル定盤・サンプル廻り準備状況

#### サンプル定盤

持ち込み装置・対応



#### サンプル周辺 共用機器整備

- 時間分解溶液散乱ストップトフロー装置 (SFM-4000, BioLogic)
- レオロジーSAXS/WAXS装置:レオメータ (MCR302e, Anton Paar)
- 温度/湿度 制御 延伸ステージ (Linkam) etc.







# BL40XUアップグレード まとめ

- BL基幹部も含めた改造を2024年12月ビームタイム後に予定
  - (利用停止期間:2025年1,2月、2025A期)
  - 標準型IDへの入替え、改修後はSAXS専用BL (2025B期)
  - EH2精密回折計は撤去
- 準単色/単色ビーム切替え、カメラ長 10 m、μビーム利用
- 検出器CITIUSを利用した時間分解SAXS/WAXS計測システムの整備
- その他の今後の取組み
  - ✔高速測定、大容量データ処理を可能にするITインフラ整備
  - ✔イメージング・散乱同時計測ユニットの開発



SPring-8-II 高速SWAXS 高速XPCS