

2023.3 PF SAXS-UG Meeting

2023.3.14 18:00-19:00

議題

1. 現状報告:
2. 施設報告・案内
3. PF研究会 (BL11-twobeamビームラインについて)
3. 研究会について
4. その他 (ご提案など)

現状報告

- 現幹事

代表 奥田浩司(京大工) 金属・無機

副代表 上久保裕生(奈良先端大) 生命・生物

山本勝宏(名工大) 高分子

幹事 菱田真史(筑波大)脂質

小川紘樹(京大化研)高分子

小田隆(立教大)生命・生物

井上倫太郎(京大複合研)生命生物

石毛亮平(東工大)高分子

森田剛(千葉大)ソフトマター

櫻井伸一(KIT) 高分子、前代表

[顧問] 平井光博先生(群馬大) 櫻井伸一先生(KIT)

* 分野についてなど(例えばイメージングなど)

施設側から

- 利用状況・申請状況、申請カテゴリーなど
- 電気代急騰と今年度の運転見込み
- システムの改良など

BL11の2ビームBL建設に関連して

関連PF研究会 2022.11 (PFスタッフによる検討) →Hybrid ring への助走

<https://doi.org/10.1107/S1600577521012753>

11月6日(日)	
10:15～10:30	開会挨拶 解良 聡(分子研UVSOR・施設長)、島田 賢也(広島大HiSOR・センター長)
10:30～11:00	概要説明 船守 展正(KEK物構研・PF施設長)
11:00～11:30	ハイブリッドリングの検討状況 原田 健太郎(KEK加速器・加速器第六研究系)
11:30～12:00	開発研究多機能ビームラインBL-11の検討状況 若林 大佑(KEK物構研・放射光実験施設)
12:00～13:00	(昼食)
13:00～15:00	2ビーム利用の検討状況 TBA
15:00～15:10	(休憩)
15:10～16:10	総合討論 TBA
16:10～16:20	閉会挨拶 小杉 信博(KEK物構研・所長)

関連PF研究会 2023.1 (UG側からの提案)

- 提案(敬称略) 平井、森田、石毛、奥田 +PF(高木)

小角散乱グループ (BL6A,BL10C,BL15A2: <http://pfwww.kek.jp/saxs/>)

• 手法の特徴 -

小角領域に現れるナノ構造を「ナノ領域での電子密度分布の変調」として計測評価する。散漫な散乱であるため、空気散乱などの影響を嫌う。

* 小角領域に現れるのが「ナノ構造の形状因子」「長周期結晶構造」。

研究対象が構造の階層性を持っている場合が多いため、

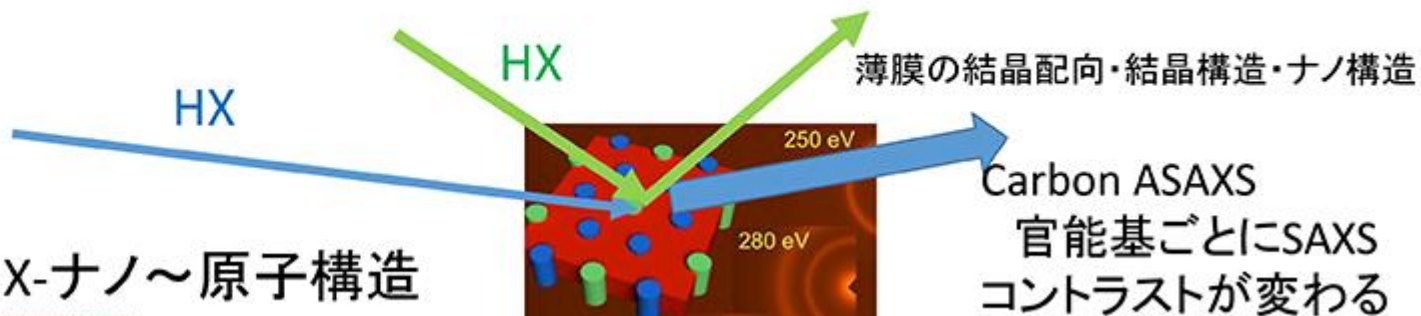
- * 同時に高角(回折)、極小角などを組み合わせる場合が多い。
- * 部分構造の抽出のため、異常分散効果(吸収端低エネルギー側)を使う異常小角散乱法が使われる。
- * その場測定(時分割測定、ストップフローなど)同時測定(光、DSCなど)を多用する。

研究対象の特徴 - 長さスケールを共にする非常に広い分野

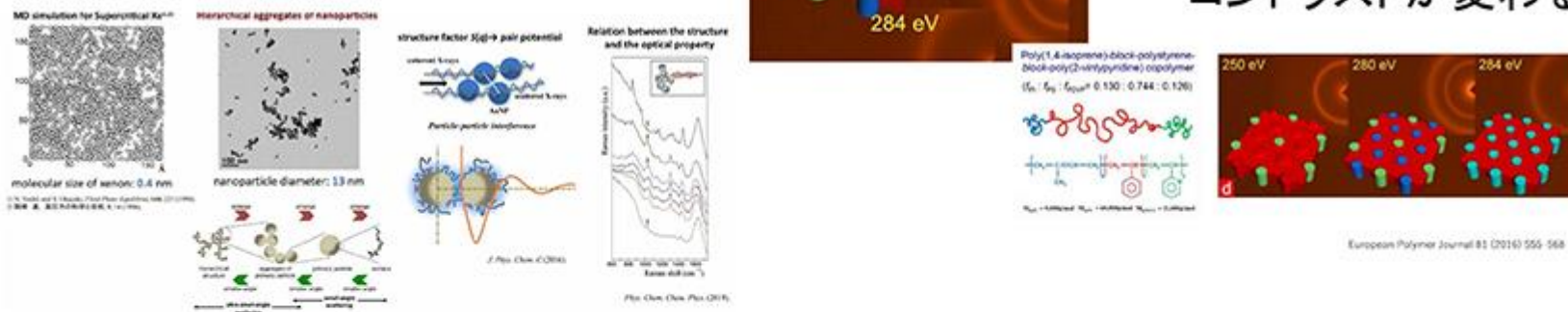
- * 生物・生体高分子・タンパク溶液などの生物系物質の構造と構造変化
- * 高分子・液晶などの有機物質の構造と相変態
- * 溶液の物理化学、超臨界、物質合成
- * 無機・金属材料の構造と相転移過程

SAXS-UG

- SX-有機材料の官能基分別SAXS: HX-ナノ構造～分子(結晶)構造



- SX-USAXS: HX-ナノ～原子構造



- SX-ASAXS & XAFS: HX～TenderX: マイクロトモグラフィー

→ 複合構造体: トモグラフィーで位置特定 → 位置特定時分割XAFS

→ Dispersive XAFSなどによる分光・散乱とIn-situ Tomographyの同時計測

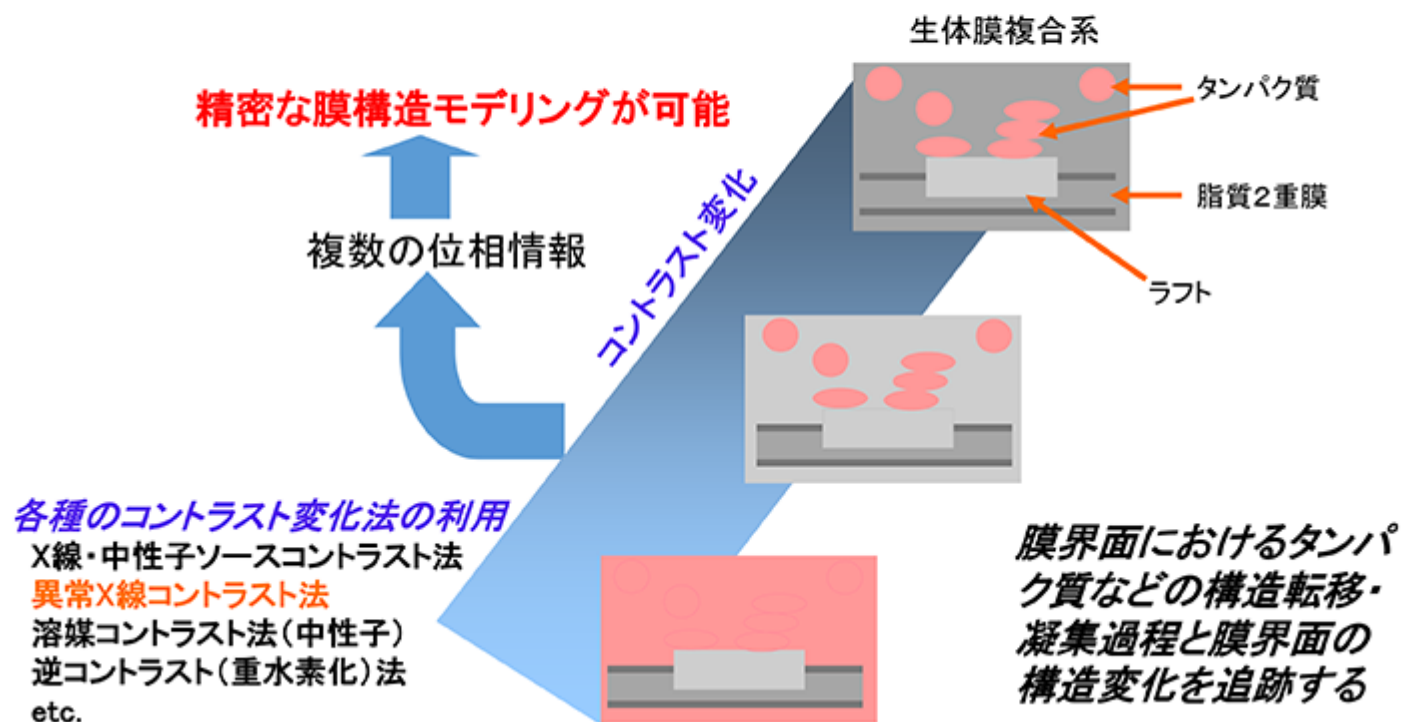
提案例(2)

基礎生命科学テーマ(例): **生体膜情報伝達系の構造と機能の解明**

膜構成成分の構造の分離

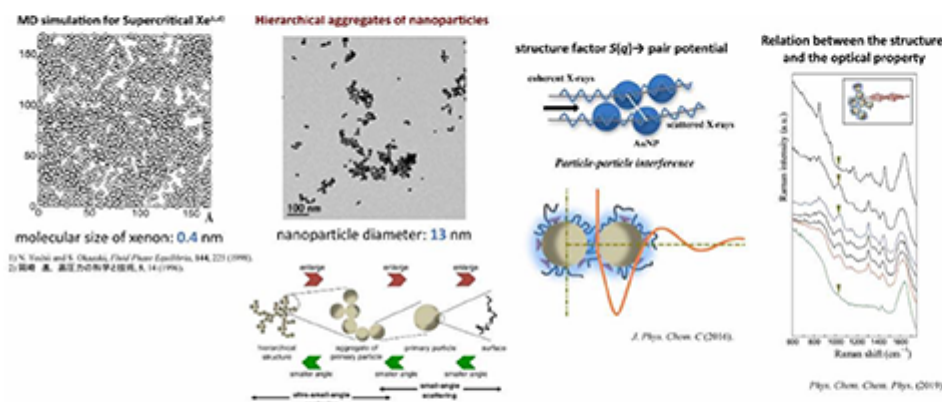
X線・中性子散乱/反射率, 斜入射X線とコントラスト変化観測

(SWAXS, A-WAXS, GI-SAXS, XR, SANS, NR, NSE)



提案例(3)

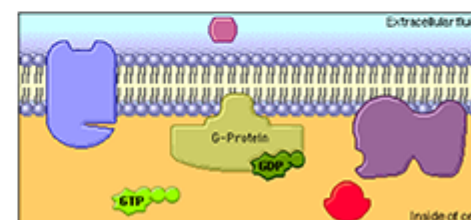
表面敏感なUSAXS-SAXS-WAXD同時計測の可能性



SX-Tender連携 膜表面/液面表面などでの化学シフトASAXS/TenderASAXS連携計測 (CとP,SのASAXS/AUSAXS)

ラフト構造⇒膜構造/膜たんぱく質⇒機能部位構造
↔

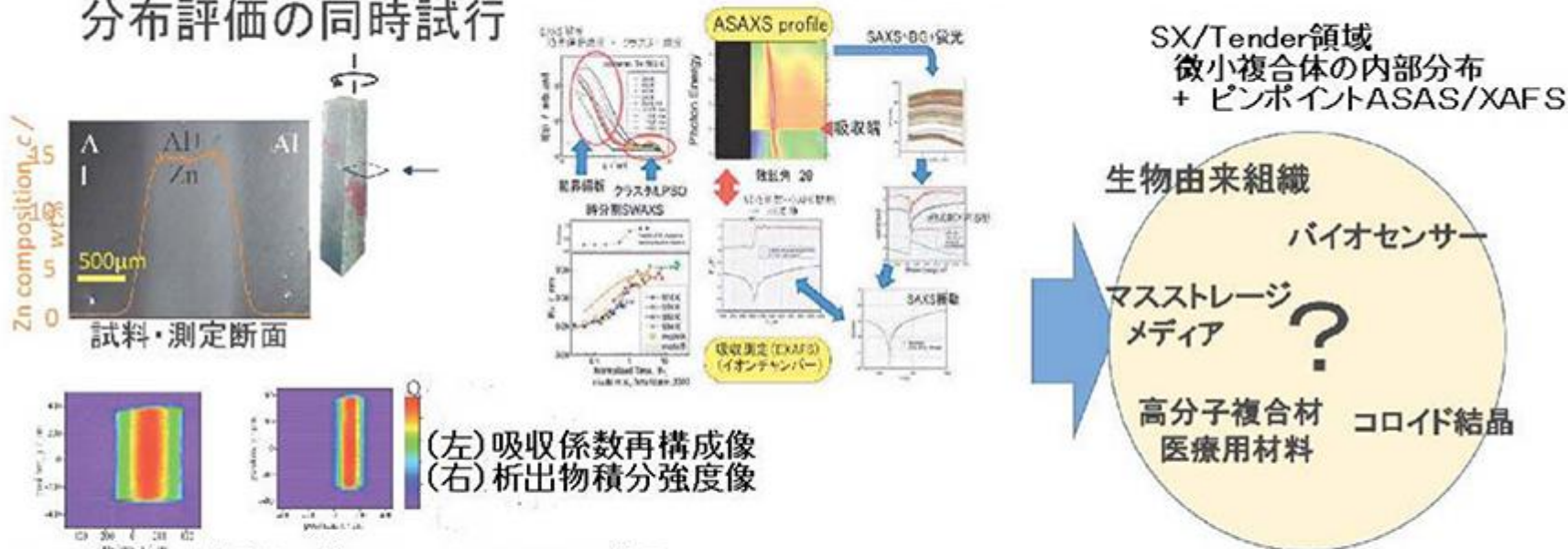
細胞膜情報伝達



Tender-HX連携 バルク溶液中のWAXD-SAXS-USAXS連携測定

提案例(4)

- μm レベルで不均一性を持つ実用材における不均一性評価と特性分布評価の同時試行



HardX領域での散乱トモグラフィー/ASAXS/XAFS併用
 ナノ構造解析 試料スケール: サブmm 位置分解
 $10\mu\text{m}$ (吸収像(左)に対し、小角散乱強度像が
 得られる(右は半径2nm程度の析出物の積分強度
 像)

有機複合体(生体構造、有機電極構造、etc)の内部
 セミマイクロ構造分布(投影分布またはトモグラ
 フィー)と構造選択ASAXSへ 試料スケール: μm 程度
 位置分解 数十nm



ユーザーからの提案 (SAXS-UG)

高分子フィルム製膜過程におけるin-situ深さ構造解析

PF研究会「開発研究多機能ビームラインの建設と利用」②

2023年1月5日(木), 14:35~15:55 A会場 (オンライン)

東京工業大学 物質理工学院 応用化学系 (機能物性分野)

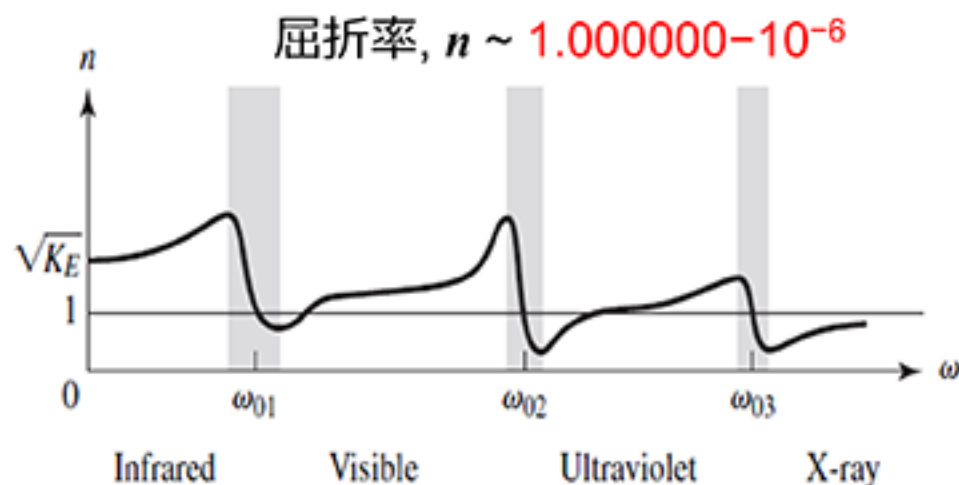
石毛 亮平

HX & SX 同時利用で何が測定できるか？

GI-WAXS/SAXS測定（基板上の薄膜の構造解析）

- ・ X線領域の全反射現象を利用
- ・ 臨界角は使用する光の波長に依存
- ・ 侵入長は波長と入射角に依存（短波長ほど高い分解能）
- ・ X線領域では密度の増加に伴い，屈折率は減少（プリズムが不要）

→ 薄膜の深さ方向の構造変化を高分解能で分析可能



液晶を活用した剛直分子の配列制御 (2)



焼成
→



配向を保ちつつ
剛直分子に変換

希薄溶液

濃厚溶液

前駆体

ポリイミド

350 °C

偏光顕微鏡

Shear

0.5 mm

濃厚溶液

X線散乱像

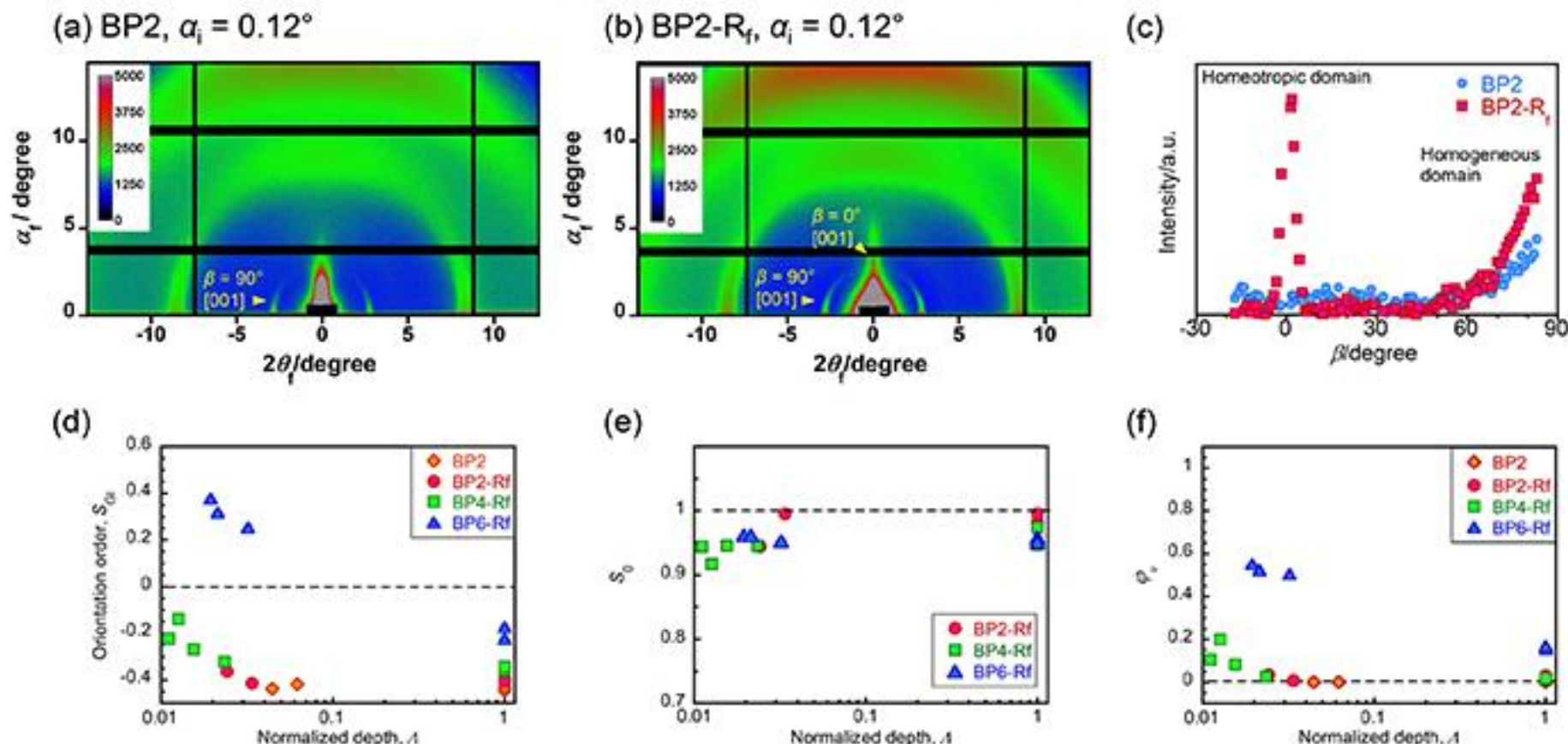
K. Tanaka, S. Ando, R. Ishige*,
Macromolecules 2019, 52, 5054

Nematic

Smectic

垂直配向分率の深さ依存性: GI-WAXS

スピコート膜: 親水Si基板上



末端R_f なし: 垂直配向ドメインなし

末端R_f あり: 表面付近に垂直配向ドメイン

→ R_f基の効果, 親水基板界面における水平配向誘起

提案についての技術的課題など

<SX散乱+HX散乱>の利用

-用途: C吸収端(SX)-S,P吸収端(Tender)の異常小角散乱

+ HXによるナノ構造～結晶配向の同時計測

→ 双方の散漫散乱: 散乱範囲のオーバーラップ: 時間分配(TimeSharing)測定

SX: ASAXS、HX: 微細構造～結晶配向

<SX分光+HX散乱>の利用

→ HXの検出器にSX吸収アッテネータ(窓材)を付加すれば問題ない。

SXは走査による分布解析など。

<Tender:ASAXS+HX:トモグラフィー; SX:ASAXS+Tender:トモグラフィー>

→ 後者は微小不均一試料対象: SXマイクロビーム、Tenderセミマイクロビーム必須

【ウェット条件でのLive計測(生物試料等)】

→ C汚染は防げるのか。+ LowDoseでのSAXS評価法の開発(MD併用教育データでの深層学習?)

<低エネルギーでの2dSAXSの課題>

→ Ewald球の曲率が無視できず: 3次元スキャンの必要性(散乱の対称性による)

SXのUSAXS⇒ 曲率の影響は少ない

→小まとめ

• 小角散乱グループとして展開を期待している方向性

1. SXでの化学シフト(特にC)の利用によるASAXSと(HXでの結晶構造解析またはnmスケールの不均一性)の同時評価による**官能基識別構造解析**

2. 複数波長による同一試料同時測定をつかった

- **複数深さ同時構造評価**

- **USAXS-SAXS-WAXD時分割同時広階層構造計測(表面敏感測定)**: UndulatorであればSpeckle解析も可能か。

3. 投影または**トモグラフィー(TX,HX)**によるマクロ不均一性評価と同時に**SXでのケミカルシフト敏感ASAXS/XAFS**

研究会について

- 今年度(後半)に開催する可能性 <2023年度後期フォトンファクトリー研究会への応募>

開催期間:2023年9月~2024年3月

応募締切日:2022年6月??日

[年2回(前期と後期)募集しています]

例: 手法に関する分野横断研究会 (SX利用(C,N,O)、SWAXS,In-situ, ASAXS、XAFSなどとの組み合わせ解析など)

その他