

SACLA 利用装置提案課題報告書

課題名：「ナノ構造体の光励起反応追跡のための時間分解多元分光装置の製作」

研究代表者：国立大学法人 東北大学 多元物質科学研究所・教授・上田潔

参加者氏名：上田潔、福澤宏宣、本村幸治、Subhendu Mondal、Edwin Kukk（東北大）、
八尾誠、永谷清信、八瀬哲史（京大）、和田真一（広大）

Joachim Ullrich, Benjamin Erk, Carlo Schmidt, Denis Anielski, Rebecca Boll, Artem Rudenko, Daniel Rolles, Sascha Epp, Sadia Bari, Lutz Foucar, Robert Hartmann, Günter Hauser, Martin Huth, Rafael Strecker, Moritz Kurka, Christian Kaiser, Ilme Schlichting, Lukas Lomb, Stephan Kassemeyer, Bob Shoeman, Thomas Barends, Christian Kieser, Katharina Kubicek, (MPI, Germany)

実験期間：2011年11月7-11日、2012年2月20-24日

本研究の目的：サイズや構造を制御したナノクラスターを生成し、光学レーザーまたXFEL によって励起した後の反応過程を詳細に追跡するための電子・イオン・X線イメージング計測を同時に実現するシステムを構築する。XFEL利用推進研究によって製作した計測装置とクラスター源の共用化とXFELの効率的な利用のために、さらに改良を重ね、差動排気系、混合ガス導入系、散乱光除去スリット、統合的なデータ収集システム等を整備する。

本目的を達成するために、SACLAを用いて上記の2回のコミッショニング実験を行った。

第1回目のSACLAのコミッショニング実験（2011年11月7-11日）

本実験の目的は、実際にSACLAを光源として用いて、東北大で用意した電子・イオン運動量計測計と京大で用意した分子線源、クラスター源、ドイツ(MPI)から持ち込まれたpnCCDX線検出器の動作試験を行うことであった。

図1にキセノン原子のイオン質量分析スペクトルを示す。観測されたイオンの質量分布スペクトルはこれまで放射光等で観測されていたものとほぼ一致した。このことから、イオン検出系が正常に動作していること、高強度で期待されていた2光子過程はほとんど起こっていないことが確認された。計算上は十分に観測されるはずであった2光子過程がほとんど観測されないのは本ビームタイムではX線強度が設計値に達していないことあるいは1 μm までの集光ができていないことが原因と思われる。ArクラスターやXeクラスターの実験でも同様に多光子吸収の形跡はほとんど確認できなかった。電子計測からも、電子計測系は設計通り動作することが確認できたが、2光子過程に由来する信

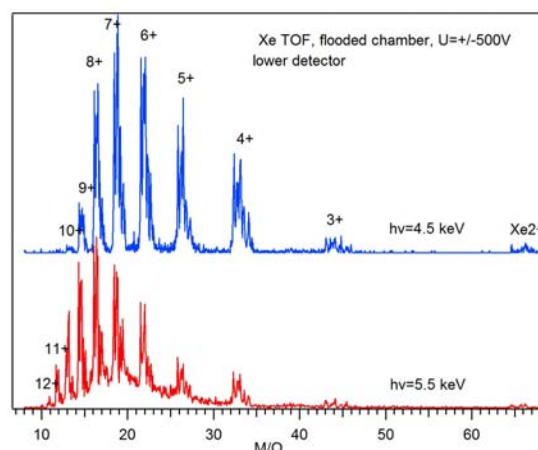


図1. 4.5 keV と 5.5 keV の XFEL パルスでイオン化されたキセノン原子イオン価数分布

号は確認できなかった。クラスター源は設計通り動作しているものの、クラスタービームがXFELと交わる点での濃度あるいはヒットレートを高くするために改造が必要であることが分かった。pnCCDの動作テストとして、銀クラスター等のサンプルをカプトンフィルム上に塗布したものをホルダーに載せ、ショットバイショットのX線散乱を観測した。図2に結果の例を示す。

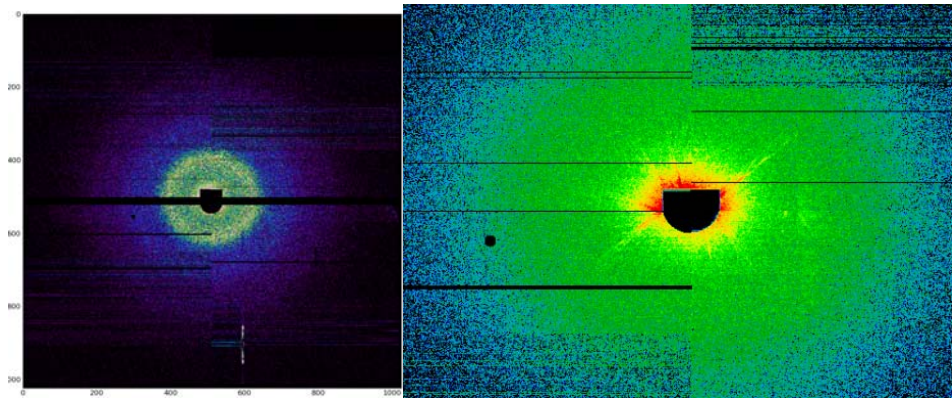


図2 シングルショットイメージング。左 Ag ナノ粒子、右 LiMgNiO ナノ粒子。

SACLAのコミッションング実験（第2回目 2012年2月20-24日）

本実験の目的は、実際にSACLAを光源として用いて、微結晶のシングルショットイメージングを実現することであった。微結晶の導入にはドイツから持ち込んだ液体ジェットを用い、X線検出器には約75 mm角のpnCCDを用いた。検出器のサンプルからの距離は約75mmである。図3に径が $2\mu\text{m}$ 程度のlysozyme微結晶をサンプルとした場合の結果を示す。光子エネルギーは7.3keVである。ヒットレートは0.5程度になるように溶液濃度を調整した。以上の条件で、シングルショットイメージングにインデックス可能なブラッグピークが多数観測されることが確認された。

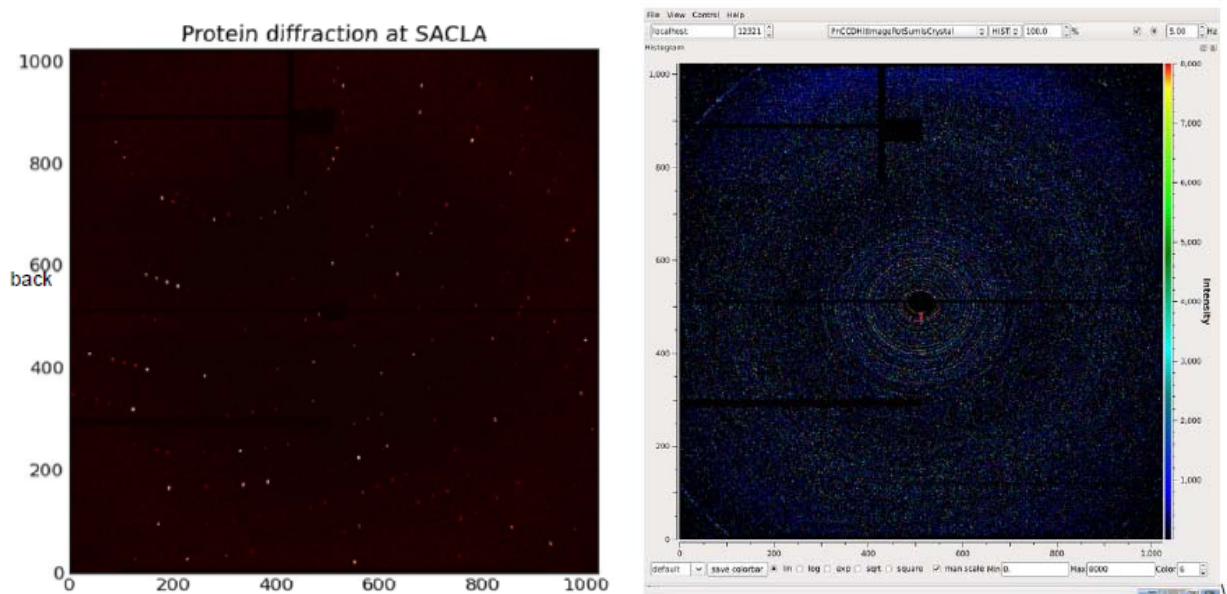


図3 SACLAの蛋白微結晶X線回折 左 シングルショット 右 積算によって得られたラウエパターン。