# X線自由電子レーザー利用装置提案課題 平成23年度利用報告書

課題名「パルス状コヒーレントX線溶液散乱測定装置の開発」

#### (責任者) 西野吉則1

(参画者) 木村隆志 <sup>1</sup>、 城地保昌 <sup>2</sup>、別所義隆 <sup>2</sup>、竹内昌治 <sup>3</sup>、磯部繁人 <sup>1</sup>、大貫惣明 <sup>1</sup>、西山 宏昭 <sup>1</sup>、西井準治 <sup>1</sup>、三村秀和 <sup>3</sup>、山内和人 <sup>4</sup>

所属機関: 1北海道大学、2理化学研究所、3東京大学、4大阪大学

### 1. 概要

パルス状コヒーレントX線溶液散乱測定のための試料ホルダ(マニピュレーター)などの装置開発を行った。仕様策定においては、接続を予定している MAXIC の開発者とも密に連絡をとり進めた。さらに、集光XFELを用いて高精度のコヒーレントX線回折実験を行うための、X線光学系の検討を行った。また、SACLA 利用実験に参加した。

#### 2. 実施内容

#### 2.1 試料ホルダ (マニピュレーター) の開発

開発した XFEL コヒーレント X線回折実験用試料マニピュレーター装置は、10 mm × 10 mm の試料チップにアレイ状に配置された試料窓を、パルス状に照射される X線自由電子レーザーの照射位置に X-Y-Z ステージで移動させる機能を有する。図1にマニピュレーター装置の外観を示す。実験では、MAXIC 上部の ICF152 コンフラットフランジに本装置を取り付ける。 XFEL コヒーレント X線回折実験装置全体の概念図を図2に示す。

本マニピュレーターは以下の特徴を備えている。

・試料チップは試料ホルダーに装着され、 その試料ホルダーを汎用真空チャンバに取 り付けたステージベース部に装着し使用する。

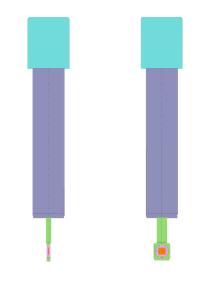


図 1 XFEL コヒーレント X 線回折 実験用試料マニピュレーター装置の 外観

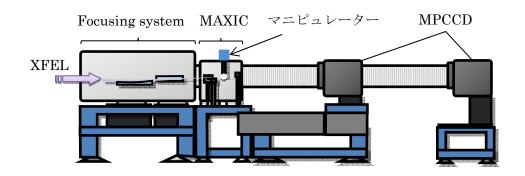


図2 XFELコヒーレントX線回折実験の概念図

- ・10 mm × 10mm の試料チップを取付け、試料ホルダーの  ${\bf Z}$  動と高精度で平行になるように調整する機能を有する。
- ・ステージベースは予備排気機能を有し、汎用真空チャンバをベントすることなく試料の着脱が可能である。
- ・X線自由電子レーザー照射パルスのトリガー信号に同期してステージを動作させることが可能である。
- ・X-Y-Z ステージの制御はすべてコンピューターコントロールにより行う。 なお、本装置に必要な電源は単相 100V 3A である。

マニピュレーターの X-Y-Z ステージ動作は以下の特徴を備えている。

· X 動

リニアアクチュエーター駆動(パルス駆動型ピエ素子使用)

移動範囲  $\pm 8 \text{ mm}$  最小移動距離 70 nm 最大速度 3 mm/sec

位置計測 静電型リニアゲージ (分解能  $0.5~\mu$  m)

最小制御量  $1 \mu m$ 以下

• Y 動

DC モーター駆動

移動範囲  $\pm 10 \text{ mm}$  最小移動距離  $1 \mu \text{ m}$  最大速度  $50 \mu \text{ m/sec}$ 

位置計測 静電型リニアゲージ (分解能  $0.5~\mu$  m)

最小制御量  $1 \mu m$ 以下

·Z動

リニアアクチュエーター駆動(パルス駆動型ピエ素子使用)

移動範囲 ±10 mm

最小移動距離 70 nm

最大速度 3 mm/sec

位置計測 静電型リニアゲージ (分解能  $0.5~\mu$  m)

最小制御量 3 µm以下

マニピュレーターの X-Y-Z ステージの制御について、X、Z 動については、目標値設定によるコンピュータ制御で行う。試料チップ上の試料窓の配置の座標値および移動順を指定し、X 線自由電子レーザーのタイミング信号と同期して指定順に試料窓を X 線照射位置に移動する。特に Z 方向の移動は、1/60 秒内に次の試料窓まで移動が可能であり、移動速度の設定ができる。Y 動については、コンピュータ制御による連続動作または目標位置への移動ができ、移動速度は任意に設定可能である。

#### 2.2 集光光学系の検討

X線回折顕微鏡による高分解能なイメージングを行うために必須となる K-B ミラー光学系を用いた XFEL 集光システム開発ための打ち合わせ及び立ち上げ実験に参加した。

SPring-8 で開かれた供用 XFEL 集光システムに関する打ち合わせ に関しては、2011 年 8 月 1 日、9 月 9 日、2012 年 2 月 17 日の計 3 回、木村が参加した。集光実験に 関しては 2011 年 7 月 12-15 日と 10 月 6-7 日の計 2 回木村が参加し た。

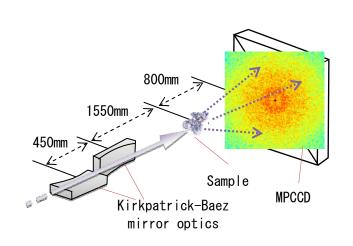


図3 検討により得られた XFEL コヒーレント X線回折実験のための集光光学系のパラメータ

これらを通して集光システムの機構・取り扱いに習熟すると共に、XFEL 集光実験の結果を元に X 線回折顕微鏡用サンプルホルダの設計の最適化を図った。

## 2.3 MAXIC 実験

MAXIC を用いた SACLA 利用実験に向けた打ち合わせを、SPring-8 において、2011 年 7月 26 日、12 月 22 日、2012 年 2 月 8 日、3 月 7 日の計 4 回行った。7 月 26 日の打ち合わせには西野が、12 月 22 日の打ち合わせには西野・別所・城地が、2 月 8 日と 3 月 7 日の打ち合わせには西野・別所・城地・木村が参加した。



図4 MAXIC 実験(2012年2月7-11日)

また、MAXIC の取り扱いを習得するため、2012 年 2 月 7-11 日に、MAXIC を使った実験に西野・別所・城地・木村が参加した(図 4)。また、2012 年 3 月 26-28 日に、課題が採択された SACLA 利用実験を行う。