

# 「SACLA 利用装置提案課題」 研究報告書

## 不可逆過程観測用時間分解 X 線回折データ測定装置の整備

### 【本装置の概要】

本装置は、超短パルス XFEL 光源と回転シャッターを同期したストロボショットにより、不可逆過程における時間分解 X 線回折データを測定することを目的としている。

本装置は、粉末試料に超短パルス XFEL 光を照射し、その回折 X 線が回転シャッターの切りかき部分を通り、CCD カメラなどの 2 次元検出器上に映し出される。XFEL 光のパルスに合わせて回転シャッターの速度を調整することにより、時間的に平均化されないクリアな連続したストロボ撮影を一枚の検出器画面上で行える。検出器のデータ転送時間の遅さに律速されない方法であることが特徴である。

### 【本装置の整備状況】

本装置は、文部科学省の X 線自由電子レーザー利用推進研究課題（平成 18～平成 22 年度）より開発、整備を進めてきた。回転シャッターや試料へのガス導入装置など本装置の基本的なコンポーネントは揃っており、本課題では入射ビームのコリメーションや装置の位置合わせ、XFEL パルスと回転シャッターのタイミング同期等について実際の光源を使いながら調整する段階にある。しかしながら、SACLA の光源を利用した実験を行う機会はなかったため、装置の個々のコンポーネントを整備するにとどまった。

具体的には、ガス導入用試料ホルダーを新たに作成した。XFEL 光源を利用した実験では試料そのものの損傷が想定され、粉末試料を充填したガラスキャピラリを迅速に交換する必要があると考えられる。そこで、真空またはガス雰囲気を保つために O リングを用いることにより、容易にキャピラリの着脱が可能な試料ホルダーを作成した。このタイプの試料ホルダーは SPring-8 の実験においても使用実績があるが、窒素ガス吹付型低温装置など試料周りの他のコンポーネントとの干渉をできる限り避けるため、試料ホルダーの形状を変更している。

そして、共用実験装置として以下の装置情報を提供した。

### 【本装置の仕様】

#### 1. 試料環境

- ・基本的に透過法による粉末回折を想定している。
- ・試料の大きさに制限はないが、通常、粉末試料はガラスキャピラリ（内径 0.1～0.4 mm 程度）に

充填して測定している。入射ビームは  $0.1\text{ mm} \times 0.1\text{ mm}$  程度にコリメートして測定している。

- ・窒素ガス吹付低温装置により試料の温度を制御可能である。
- ・ガスハンドリングシステム（応答速度  $5\text{ ms}$  以下の高速バルブ含む）によりガス雰囲気制御しながらその場測定が可能である。この場合、試料はガラスキャピラリに充填し、専用の試料ホルダーに取り付ける。

## 2. 付属するステージ・計測器類のスペック

- ・回転シャッター サイズ 直径  $70\text{ mm}$   
窓サイズ（中心角） $30^\circ$ 、 $60^\circ$   
回転速度 最大  $300\text{ rpm}$
- ・CCD カメラ 受光面サイズ  $120\text{ mm} \times 90\text{ mm}$   
ピクセルサイズ 約  $28\text{ }\mu\text{m}$   
水冷式  
ゲート機能付き ゲート幅  $100\text{ ns}$
- ・可動式昇降架台 水平方向 ストローク  $50\text{ mm}$   
高さ方向 ストローク  $200\text{ mm}$
- ・イメージングプレート用カメラ 受光面サイズ  $400\text{ mm} \times 400\text{ mm}$
- ・窒素ガス吹付低温装置 制御温度  $90 \sim 473\text{ K}$

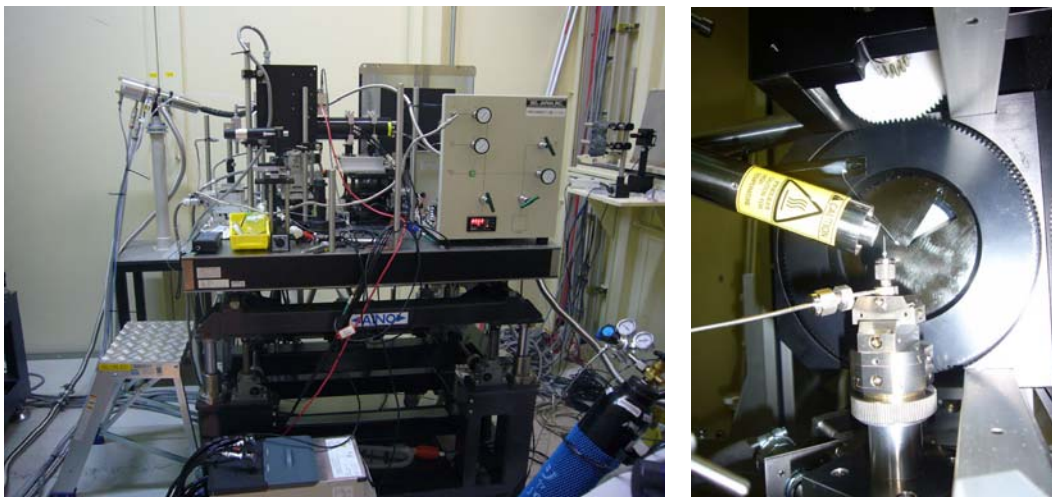


図1. 不可逆過程観測用時間分解 X 線回折データ測定装置の外観図

左：装置全体の写真（中央の黒い装置が回転シャッターユニットおよび CCD カメラ）

右：試料周りの拡大写真

可動式昇降架台のサイズは、 $1200\text{ mm} \times 1000\text{ mm}$ 、高さ  $1050 \pm 100\text{ mm}$