

### 3-3-2 理研ビームライン

理研放射光科学総合研究センターでは SPring-8 におけるビームライン利用技術の研究開発と高度化ならびに放射光利用研究の推進を目標に 8 本の理研ビームラインを設置・運用するとともに 1 本の利用調整運転を行っている。理研ビームラインは、SPring-8 供用開始と同時に利用を開始した構造生物学ビームライン I (BL45XU) 以降、1 km 長尺ビームラインである物理科学ビームライン I (BL29XU) や蓄積リングの長直線部に 27 m アンジュレータを設置した物理科学ビームライン II (BL19LXU) など、それぞれ独自の特徴を持った構造生物学関連 4 本、物理科学関連 4 本で構成され、現在まで順調に技術開発と利用実験を進めている。2010 年度から利用を開始した最新のタンパク質微小結晶構造解析用のターゲットタンパクビームライン (BL32XU) でも、膜タンパク質微小結晶の構造解析の報告が見られるようになった。

現在、2011 年秋に初ビームを観測した X 線非弾性散乱研究用の量子ナノダイナミクスビームライン (BL43LXU) では利用実験に向けた調整運転を進めている。

以下では、基盤研究部のユニット毎に運用中のビームライン (BL26B1&B2、BL32XU、BL45XU、BL19LXU、BL44B2、BL17SU、BL29XU) 及び立上げ調整中のビームライン (BL43LXU) について報告する。

(山本 雅貴)

#### 1. 構造ゲノムビームライン I & II (BL26B1、BL26B2)

BL26B1 及び BL26B2 は構造ゲノム研究や基質複合体解析など、膨大な数のタンパク質結晶からの迅速かつ簡便な X 線回折強度測定を目的とし、結晶スクリーニングの効率化及び連続自動データ収集システムの開発を行い、ユーザー利用に供している。ビームラインには SPring-8 標準の偏向電磁石ビームライン光学系を採用し、光学系・実験ステーションを含めたビームライン全体の制御を実現するため、ネットワークを介したクライアント/サーバ型の実験スケジュール管理ソフトウェア BSS (Beamline Scheduling Software)<sup>[1]</sup>を開発した。これらのシステムを活用しサンプルチェンジャー SPACE (SPring-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger)<sup>[2]</sup>を利用したビームライン自動運転及び Web インターフェースを備えたデータベース D-Cha (Database for Crystallography with Home-lab. Arrangement)<sup>[3]</sup>を活用したメールイン・データ収集を行っている。さらに 2011 年度から、結晶センタリング等の条件設定においてより柔軟な利用方法を提供するため、従来から JASRI 制

御・情報部門及び構造生物グループと共同で開発を進めていた、遠隔実験システムの利用を開始した。

2012 年度は BL26B1 において二次元 CCD 検出器 SaturnA200 (リガク製) について 2011 年度に行った、画像読み取り回路の低ノイズ化及びピクセル出力値の高ダイナミックレンジ化による S/N 比向上を目的とした改造に加え、制御ソフトウェアの高度化により回折データセット収集のサイクル時間の短縮を図った。また改造の効果を検証する試験を行い、短露光時間 (低強度) の回折実験データについて BL26B2 の CCD 検出器と比較した場合、構造解析の成功率が優位であることを確認した。同検出器は 5 月よりユーザー利用を開始した。

さらに現在、微小結晶の効率的なスクリーニングやデータ収集に向け、ゴニオメータの高精度化や結晶センタリング用同軸カメラの更新等、実験ステーションの高度化を行っている。2012 年度にはエアベアリングゴニオメータ (図 1)、JASRI 制御・情報部門の開発による外部制御信号中継器、汎用小型計測器 Blanc8 の調達を進め、2013 年度の運用を目指して準備を進めている。

また、2011 年度に引き続き偏向電磁石ビームライン光学系の高度化を目指したサジタル集光光学系<sup>[4]</sup>の R&D を JASRI、原子力機構、理研共同で実施した。サジタル集光は二結晶分光器の第二結晶を光軸に直交する方向 (サジタル方向) に円筒状に湾曲させて集光を行う。2012 年度は膨張黒鉛シール材を用いた直接冷却型第一結晶の開発を継続して行った。結晶及びホルダの製作精度を見直し、Si(111) 結晶の性能の向上を図った。新たに作成した第一

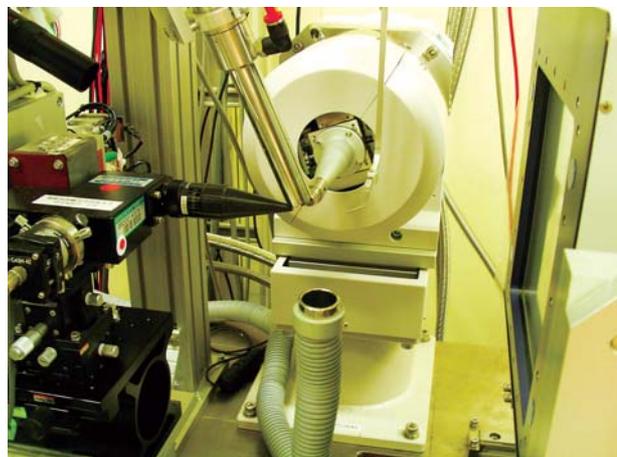


図 1 BL26B1 回折計に新たに設置したエアベアリングゴニオメータ

結晶の性能評価の結果、機械的残留歪による結晶面のスロープエラーはSi(111)結晶の回折幅と同等以下に抑えられていることが確認された。これにより分光後の単色X線のスループット及びエネルギー分解能の向上が期待される。なお、本結晶はBL38B1(構造生物Ⅲ)に設置され共用利用実験に使用されている。また、BL26B2で使用されている同仕様のSi(111)結晶は設置から5年以上が経過しているがスループット低下及び冷却水漏れは観測されていない。今後も膨張黒鉛シール材の耐放射線特性の評価を継続して行っていく。

参考文献

[1] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka and M. Yamamoto: *J. Synchrotron Rad.* **12** (2005) 380-384.  
 [2] H. Murakami, G. Ueno, N. Shimizu, T. Kumasaka and M. Yamamoto: *J. App. Cryst.* **45** (2012) 234-238.  
 [3] N. Okazaki, K. Hasegawa, G. Ueno, H. Murakami, T. Kumasaka and M. Yamamoto: *J. Synchrotron Rad.* **15** (2008) 288-291.  
 [4] A. Nisawa, Y. Yoneda, G. Ueno, H. Murakami, Y. Okajima, K. Yamamoto, Y. Senba, K. Uesugi, Y. Tanaka, M. Yamamoto, S. Goto and T. Ishikawa: *J. Synchrotron Rad.* **20** (2013) 219-225.  
 (上野 剛、村上 博則、二澤 宏司)

2. ターゲットタンパクビームライン (BL32XU)

近年の医学、生命科学的研究では、構造解析がより困難である疾病や重要な生命現象に関わるタンパク質群に重点が置かれ、超高輝度マイクロビームを用いた難構造解析サンプルに対応したX線結晶構造解析が望まれている。そこで、文部科学省『ターゲットタンパク研究プログラム』の解析課題として、理研ターゲットタンパクビームラインBL32XUの研究開発を進めている<sup>[5]</sup>。2012年度は、より効率良くタンパク質の結晶構造決定を行うための装置開発・測定技術開発を重点的に行った。2011年度に引き続

き、ターゲットタンパク研究プログラムのポータルサイトを通じビームタイム配分及びユーザー実験の利用支援を行い、その成果も着実に上がりつつある<sup>[6,7]</sup>。

本ビームラインでは特に10~50 μm程度のLCP法で結晶化された試料結晶(以下、LCP結晶)からデータ収集を行うことが多い。LCP結晶は脂質に埋もれた微小結晶を探索し、データ収集を行う必要があるが、通常の光学顕微鏡を利用することが困難である。そのため、X線を照射しながら試料ループ内部を走査して回折の得られる位置を特定しなければならない。この作業の効率が実験の効率に直結することから、高速読み出しが可能なX線CCD検出器を導入する必要がある。導入のための試験運転を行った検出器の仕様を図2に示した。検出器はスプリットトランスファー型のCCDを用いた3×3アレイのモザイク検出器である。この検出器は2×2ビニングを行った際の画像読み出し速度が10 Hzとなっており、従来のCCD検出器(同じくRayonix製MX225HE)と比較した場合、およそ1/20程度の時間で回折像が取得可能となる。試験運転はBL26B1を用い、試料結晶として空間群P2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>、結晶格子軸がおおよそ全軸200 Å程度の牛心筋由来チトクロムc酸化酵素の結晶から回折データセットの収集を試みた。結果として10 Hzでのデータ収集に成功し、回折データ処理プログラムXDSを用いて非常に高精度のデータセットを得ることができた(表1)。2013年度夏期点検調整期間

表1 Cytochrome c oxidase から収集した回折データの強度精度(利用プログラムXDS)

Resol.	# refl.	Compl.	R <sub>sym</sub>	<I/sigI>
5.37	124,912	100%	3.0%	41.1
3.81	231,790	100%	3.8%	37.1
3.12	302,240	100%	6.9%	22.0
2.70	358,497	100%	14.0%	11.9
2.42	406,657	100%	25.1%	7.0
2.21	447,861	100%	42.8%	4.3
2.04	485,640	100%	73.5%	2.6
total	3,409,871	100%	15.5%	9.45



Rayonix社製  
MX225HS

Type	9 FT-CCDs bonded to fiber-optic tapers
Sensor	Split Frame Transfer CCD
Phosphor	40um thick
Active area	225mm x 225mm
Readout noise	High speed 8e-/pixel Low noise mode 4e-/pixel
Dead time	1 msec
DQE	0.8
Sensitivity(Gain)	9e-/12 keV photon
Frame rate	80um 10Hz 120um 20Hz

図2 性能評価を行ったRayonix社MX225HS本体の写真と仕様表

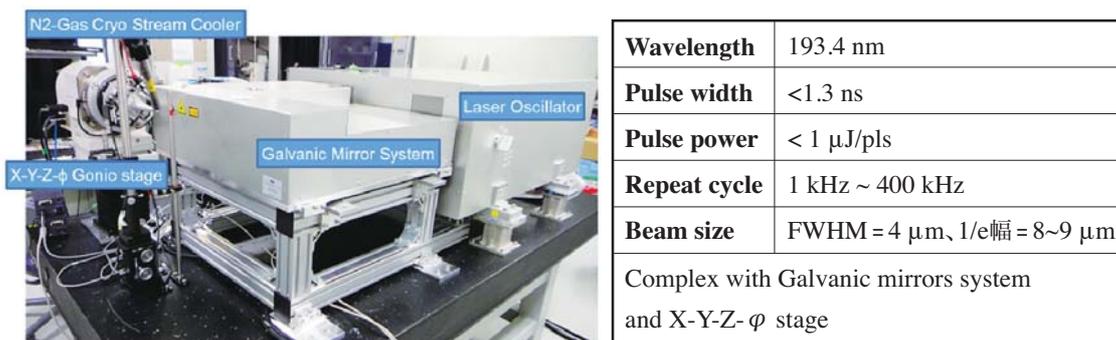


図3 深紫外レーザーを用いたタンパク質結晶加工機 全景と諸元

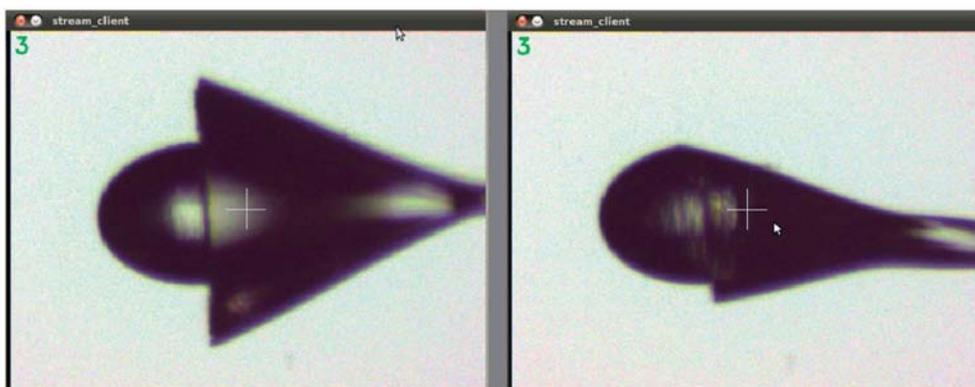


図4 半球状に加工された結晶 (クロスサイズ：20 μm、加工時間：10 min)

に本検出器をBL32XUに導入し、LCP結晶から回折データ収集の高効率化を実現する予定である。

また、2011年度より微小結晶からの高精度データ収集を目的として、結晶周辺のLCPや不凍液溶媒領域などのノイズ源の除去や結晶の整形によるデータ精度向上・複数結晶からの単一結晶の切り出しなどを可能とする、「深紫外レーザーを用いたタンパク質結晶加工機 (Pulsed UV Laser Soft Ablation: PULSA)」(図3)の開発を行っている。2012年度は、既に導入されている短パルス深紫外レーザー発生装置 (NSL-193L (株) ニコン製)で波長193.4 nmのレーザー光のパルス強度を最大1.0 μJ/pulseまで発生可能とするための改造と、加工のためのレーザー光の制御を2枚のガルバノミラーを用いることによって迅速に光路を操作しつつ照射することで試料加工を可能とするための集光光学系の開発を行った。回転軸とX/Y/Zの並進軸をもった4軸ゴニオメータ上に試料を保持することによって、ガルバノミラーとの組み合わせによって、迅速な回転対称加工も可能となった(図4)。既にLysozyme結晶を50 μm φの半球状に加工可能となっており、本装置の2013年度中の一般供用を目指し、標準結晶を用いた性能評価ならびに制御ソフトウェアの開発を行っている。

また、レーザー光ピンセットを用いた微小結晶マニピュレータの開発も行っており、微小結晶を半自動的に拾い上げ、凍結するシステム(測定準備)の開発も行っている<sup>[8]</sup>。

参考文献

- [5] K. Hirata, Y. Kawano, G. Ueno, K. Hashimoto, H. Murakami, K. Hasegawa, T. Hikima, T. Kumasaka and M. Yamamoto: *Journal of Physics: Conference Series* **425** (2013) 012002.
- [6] H. Nishimasu, H. Ishizu, K. Saito, S. Fukuhara, M. K. Kamatani, L. Bonfond, N. Matsumoto, T. Nishizawa, K. Nakanaga, J. Aoki, R. Ishiani, H. Siomi, M. C. Siomi and O. Nureki: *Nature*, **491** (2012) 284-287.
- [7] K. Kato, H. Nishimasu, S. Okudaira, E. Mihara, R. Ishitani, J. Takagi, J. Aoki and O. Nureki: *Proc Natl Acad Sci U S A.*, **109** (2012) 16876-16881.
- [8] T. Hikima, K. Hashimoto, H. Murakami, G. Ueno, Y. Kawano, K. Hirata, K. Hasegawa, T. Kumasaka and M. Yamamoto: *Journal of Physics: Conference Series* **425** (2013) 012011.

(平田 邦生、河野 能顕)

3. 構造生物学ビームラインI (BL45XU)

BL45XUは、タンパク質の溶液中の構造やその動的変化、高分子材料の構造と機能・物性などのナノスケールの構造解析をX線小角散乱(SAXS: Small-Angle X-ray Scattering)測定により進めている。ビームラインの構成は垂直偏光のタンデムアンジュレータを光源とし、合成ダ

ダイヤモンド結晶を分光素子としたビーム分岐・単色化機構を備え、SAXSステーション及びSWAXS (Small and Wide-Angle X-ray Scattering) ステーションにて同時に実験が可能な特徴を持つ。SAXSステーションは1997年の運用開始時よりX線小角散乱実験装置が設置されている。SWAXSステーションは2007年度にタンパク質結晶回折測定からX線中広角測定 (SWAXS) 用に改修し、運用を行っている。

SAXSステーションに設置されているX線小角散乱実験装置は、高輝度であると同時に単色性が高く、かつ寄生散乱を抑えた光学系設計により高い小角散乱分解能を実現している。全ビームタイムの20%をJASRI共同利用課題に供出し、80%を理研として利用している。しかし、建設から10年が経過し、部分的に放射線損傷などによる機械的劣化が著しく、所期の性能を発揮することが困難になってきたため、2006年度からはダイヤモンド二結晶分光器の改修、SAXSステーションに無散乱スリット、両ステーションにフォトンカウンティング型二次元検出器 (Pilatus 300K-W; DECTRIS製) などを導入し、微弱散乱強度の測定精度の向上とユーザー実験の利便化を進めてきた。

2012年度は2011年度開発した8連式溶液セル<sup>[9]</sup>の自動測定機能を実装し、静的溶液散乱測定において1サンプルあたり15分かかる測定時間を8サンプル20分へと大幅に短縮させ、予備測定にかかる時間を大幅に短縮した。また、GISAXS (Grazing Incidence Small-Angle X-ray Scattering) 測定用にスイベルステージを整備した。GISAXSでは表面すれすれに微小角入射したX線で試料界面からの散乱・回折を測定する手法であるため、S/N比を上げるためには試料位置での入射X線ビームを微小化することが有効である。これを目的として、実験ステーション内の試料位置1 m上流に第2縦集光ミラーをGISAXS用に導入した。この第2ミラーにより、試料位置でのビームサイズは240(H) × 100(V) から270(H) × 27(V)  $\mu\text{m}^2$ と約1/3に縮小することに成功した。このことにより試料界面外からの散乱ノイズを抑え、より弱い界面からの散乱・回折の測定が可能となった。経年劣化対策としては、2000年度に導入したX線イメージインテンシファイア用のインターライン型CCD検出器を背面照射CMOS検出器 (浜松ホトニクス製ORCA-FLASH4.0) に更新し、微弱信号、短時間測定時のデータ測定精度を向上させた。

運用面では、構造生物学や材料科学の利用研究の支援を進め、特にタンパク質機能・構造相関研究へのX線溶液散乱実験の利用促進及び新規ユーザー開拓を目指した利用支援を展開している。

#### 参考文献

[9] S. Akiyama and T. Hikima: *J. Appl. Cryst.*, **44** (2011) 1294.

(引関 孝明)

#### 4. 物理科学ビームラインII (BL19LXU)

BL19LXUは、27 m長真空封止アンジュレータを光源とするX線ビームラインである。2000年度にビーム導入、実験ハッチ1~3の立ち上げが完了、2001年度には実験ハッチ4の利用が開始された。以来、光学ハッチでは、MOSTAB (分光器安定化システム) や縦集光ミラーの設置 (2004年度) とその直下流位置での4象限スリット設置 (2010年度) など高度化を進めてきた。また、光学系の整備として、2010年度にフロントエンドスリット位置調整に加え可動マスク位置の再調整を行った。実験ハッチでは、シングルパルス利用のための高速回転シャッターの導入 (実験ハッチ2、2009年度)、K-Bミラーによる100 nm集光 (実験ハッチ4、2010年度)、X線ビームアライメント用レーザーマーカーの整備 (各実験ハッチ、2010年度)、フェムト秒パルスレーザーシステムのQスイッチパルスレーザーの更新 (実験ハッチ2、2011年度) が行われてきた。2012年度では、分光器第二結晶の温度を保っている水冷チラーの温調器の不調によるビーム位置の不安定性が現れたため、チラーを交換するなど光学系の安定性維持に努めた。また、実験ステーションでは、ビームモニター系の整備を重点的に行った。10 mm角程度の小型のヘッド部を持つ間接X線カメラの製作、及びフラットパネルセンサーの導入を行い、これらを課題に応じて各ハッチに簡単に設置・使用できるようにした。

各実験ステーションでは高輝度光源を有効利用した実験の他、X線自由電子レーザー (SACLA) 利用のための対照実験や新測定手法開発が進められている。このSACLA関連では、2007年度~2010年度でX線自由電子レーザー利用推進研究課題として利用され、2011年度以降では、その継続的な課題が実行された。以下に2012年度に行われた主な研究項目を実験ステーションごとに示す。実験ハッチ1では、X線パラメトリック変換過程の基礎実験、硬X線光電子分光実験、磁気散乱実験、コヒーレンスを利用したX線光子相関分光法によるソフト界面のダイナミクス研究、素粒子物理学実験としてパラフォトン探索実験が行われた。実験ハッチ2では、SACLA利用課題に関連して、放射光パルスに時間同期させた超短パルスレーザーを用いてピコ秒時間分解X線回折実験が行われた。実験ハッチ3は天井高さ4.5 mのオープンハッチで大型機器の導入が可能となっており、X線励起下での走査型トンネル顕微鏡による表面物性研究が行われた。実験ハッチ4では、100 nmビームを用いたX線磁気散乱マッピングが行われた。

(田中 義人、伊藤 基巳紀、玉作 賢治)

#### 5. 物質科学ビームライン (BL44B2)

BL44B2は、高エネルギー粉末回折法を活用して物性・機能の発現機構を電子レベルで解明することを目的とした物質科学ビームラインである。そのために、高い統計精度

かつ高い角度分解能の回折データがミリグラム以下の粉末試料から短時間で得られるよう、光学系の最適化、回折計の設計がされている。具体的には、Si(111)の二結晶分光器により単色化されたX線は、白金コートされたシリコンのベントシリンドリカルミラーによって、高次光の低減、鉛直方向及び水平方向の集光を行っている。実験ハッチで得られるビームサイズは、粉末試料を封入するガラスキャピラリーの形状に合わせて、鉛直方向が0.2 mm、水平方向が3 mm程度に最適化されている。利用可能なエネルギー範囲は12.4 keVから33.5 keVとなっており、特に、高エネルギーを利用することにより、重い元素を含んだ物質においても、吸収補正の必要のない高い信頼性のデータを得ることが可能である。試料位置でのフォトンフラックスは、水平方向の集光により約 $10^{11}$  photons/secに達する。

実験ハッチには、半径286.48 mmの位置にイメージングプレート(IP)を搭載したデバイセラーカメラが設置されている。標準装備のIPに加えて、物質科学研究の多様なニーズに応えるべく、X線CCD、フラットパネルセンサーや、DECTRIS社製のPILATUS 100K、MYTHEN 1Kを必要な時間/空間分解能と検出面積に応じて使い分けている。試料温度は、4 Kから1100 Kまで制御可能である。15 K以上では、He/N<sub>2</sub>の非接触型冷却システムによる開放空間を利用して、光励起やガス吸着などと組み合わせた回折実験が行われている。15 K以下を実現するには閉鎖系の冷凍機が不可欠であるが、接触型冷却法を利用した薄膜の電場印加実験も試行されている。2012年度は、これまで主に利用してきたIPの性能を凌駕する可能性のある、MYTHENモジュールをアレイ化した高エネルギー対応ギャップレス検出器システムを構築した。今後、IPで行ってきた電子密度解析に加えて、ミリ秒の時間分解能を利用した*in-situ*実験やエネルギー分解能を利用した全散乱実験に向けたデータ測定及び処理法の開発を進める予定である。

(加藤 健一)

## 6. 物理学ビームラインIII (BL17SU)

BL17SUは、軟X線領域の各種分光・計測技術やビームライン要素技術の高度化を図ること、先端的な光科学研究や物質科学研究の推進を図ることを主な目的として、理化学研究所専用軟X線アンジュレータビームラインとして運用されている。研究を多角的且つ効率的に推進するため、ビームラインは排他的利用形態のブランチa、ブランチbに分岐した構成となっている。それぞれのブランチには恒温ブースによって精密に温度調節された超高分解能回折格子分光器が整備され、エネルギー的に安定した高輝度軟X線ビームを各ブランチに配備された実験ステーションに供給している。各種調整運転の後、2004年の秋から本格的な運用を開始しており、2005年の秋からは全ビームタイム

の20%をJASRI共同利用課題にも供出している。

ブランチaでは、主要実験ステーションの一つである高分解能光電子分光ステーションにおいて先端物質科学の実験的研究が行われ、そしてもう一つの主要装置である高効率軟X線発光ステーションにおいては、各種溶液系試料の電子状態を観察するための軟X線発光分光実験が2011年度に引き続いて進められた。ユーザー持ち込みエリアでは、JASRI共同利用課題として、エネルギー分光型光電子顕微鏡(SPELEEM)を用いた実験が行われている。2012年度はグリーンイノベーションに向けた基礎研究を中心に利用研究が進められ、グラフェンの局所電子状態解析や、レアメタルフリーLi<sub>0</sub>型FeNi規則合金の磁気機能解析が行われた。また出射スリット直下流のフリーポートでは、X線自由電子レーザー(XFEL)施設で行われる時間分解硬X線光電子分光実験のための予備的な実験が行われた。

ブランチbでは、常設の実験ステーションの一つである軟X線回折実験装置による長周期秩序物質の電子状態の直接観測などが2011年度に引き続いて行われた。またブランチbの末端にある表面科学実験ステーションでは、表面科学に関する研究が高分解能光電子分光法により2011年度同様に行われた。この他2010年度末に導入された後置鏡システムにより、持ち込み装置用ステーションの試料位置に $\sim 22$  (H)  $\times$  8 (V)  $\mu\text{m}^2$ 程度のスポットサイズの集光ビームが安定供給され、2012年度には各種液体分子線を標的とした光電子分光実験が精力的に行われた。

a、b両ブランチとも、挿入光源のヘリカルアンジュレータモードを用いた左右円偏光、擬似水平・擬似垂直の各アンジュレータモードによる水平・垂直の各直線偏光の利用がされており、偏光特性を積極的に利用した先端的研究の展開が鋭意図られている。

(大浦 正樹)

## 7. 物理学ビームラインI (BL29XU)

BL29XUは全長が約1 kmの長尺ビームラインである。アンジュレータを光源とする硬X線ビームラインで、タンデムに配置された4つの実験ハッチを有する。1998年に実験ハッチ1(光源から52 m)までの部分が完成し利用が開始された。2011年度末に凍結生体試料の回折顕微鏡実験のための実験ハッチ2(光源から58 m)が完成した。これに伴って、これ以前に下流に建設されていた長尺棟内の実験ハッチ4(2000年に完成、光源から987 m)、蓄積リング棟内最下流部の実験ハッチ3(2004年度末に完成、2005年から利用開始、光源から98 m)は名称を変更した。

本ビームラインでは、可干渉性X線(コヒーレントX線)を用いた利用研究が主に行われている。2012年度も、高感度のX線回折顕微鏡、高精度K-Bミラーによる回折限界集光、K-Bミラーを用いた走査型蛍光X線顕微鏡、X線を用いたベリ位相光学などの多岐にわたる研究が進められ

た。また、X線自由電子レーザーに向けた光学素子や検出器の評価・開発も精力的に行われた。

2012年度には、TCセクションの神津精機社製の分光器を高度化し、内部の駆動ステージや液体窒素配管類を刷新した。また、TCセクションのTCミラーを、原子レベルで研磨されロジウム蒸着されたJTEC社製のX線ミラーに刷新した。第1ミラーは平面のみからなる。第2ミラーのミラー表面には、原子レベルで平面に平滑化された領域と、焦点距離48 mに合わせ、ミラー下流で、0.06秒角という究極の平行度の高いビームを出射するための放物面表面を持つ領域を加工してある。低エネルギーでも、高エネルギーでも、同様の平行度が達成される様、二通りの入射角を仮定した二通りの放物面形状を実現し、平面形状の領域と三通りを併進運動によって切り替えることができる。放物面で平行度を上げたビームを用いて、長尺棟でも輝度が高く、平行度の高いX線が利用可能な設計となっている。

実験ハッチ2の建設は2011年度末に完了したが、2012年度はモーターケーブル、モータードライバーやビームライン制御系機器の敷設を行い、生体試料などのコヒーレント回折顕微鏡実験を行うための準備が整った。2013年1月には、数ミクロン程度の生体試料K652（赤白血病の細胞から得られ固定された核）にX線を照射し、試料から約8 m離れた直接検出型X線画像検出器でコヒーレントX線回折像を取得する事に成功した。

2010年度から実験ハッチ3の上流側に設置されている生物・医学利用用の走査型蛍光X線顕微鏡のユーザーフレンドリー化を進めるため、制御ソフトを根本的に見直しているが、2012年度は、制御ソフト改良は一段落し、ユーザー実験に供用された。

(香村 芳樹、玉作 賢治)

## 8. 量子ナノダイナミックスビームライン/ Quantum Nano Dynamics Beamline (BL43LXU)

Commissioning of BL43LXU was ongoing through this period. In-house work at the experimental stations has largely been done by members of the Materials Dynamics Laboratory with assistance on some projects by members of JASRI and RIKEN, and, occasionally, members of the RIKEN beamline support group. In an effort to preserve some record of issues encountered, the following tends to emphasize the problems occurring at the beamline. However, at the start, we should emphasize that at the end of the 2013A run (July, 2013) the first experimental data set was taken at BL43LXU using the high-resolution spectrometer (~1.7 meV resolution). The flux, stability, and finally data quality was very good, with phonon spectra collected in 16 hours that had significantly better quality than previous spectra collected over 2 days at BL35XU.

**Insertion Device & Front-End:** In March of 2013 the remaining 2 insertion devices were installed. Problems were immediately evident including (a) poor spectral response (gap-scan shapes) of the new IDs and (b) electron beam current loss as multiple ID gaps were closed. As investigation of these problems was not possible during user time, it took some months to understand them. It turned out that the poor spectral response was the result of a tilted (~40  $\mu$ rad) orbit shift of the electron beam through the central insertion device. Attempts to overlap the source point from the other IDs led to very large displacements of the beam in those ID's (40  $\mu$ rad  $\times$  10 m ID spacing = ~0.4 mm beam shift on a < 6 mm ID gap) which is enough to adversely affect the ID spectra. This has now been mostly corrected. The current loss is the result of the x-ray beam from upstream IDs heating the downstream magnet coverings. Estimates (H. Kitamura) put the power load on the foils covering the magnets as approaching ~100 W for small gaps, which, given that these foils are only indirectly cooled, is enough to heat them significantly and cause poor vacuum and beam loss. This is consistent with the relatively slow time scale of the electron beam current loss and opening the chambers (Summer, 2013) showed the foils were damaged. Masks will then be installed during the long shutdown (Jan-March 2014) to, hopefully, remove this problem. The present status is that two IDs can be closed for running (simultaneously 6.8 mm on ID2 and 6.9 mm on ID3) allowing two IDs to be used at energies of 17.7 keV and above. For lower energy, only one ID may be used.

What remains for the summer of 2013 is to slightly adjust the heights of the IDs in the ring, as they seem to have settled at the level of several 0.1 mm. Then some additional tuning of the orbit will be needed at the beginning of the 2013B run to, again, try to overlap the source points in the IDs. At present, the source angles from all 3 IDs are within about 2  $\mu$ rad and the source positions are within about 0.1 mm. Tuning to about 1  $\mu$ rad and 0.05 mm is desirable. Work has also been done (H. Aoyagi) to understand the response of the x-ray beam position monitor (XBPM) for each ID. It is hoped the XBPM can eventually be used to verify the orbit of the beam through each ID automatically during orbit tuning.

**High-Heat Load Mirrors (M1, M2):** M1 is a vertically deflecting mirror that is the first optical component in the pink beam. It is nitrogen cooled to handle an absorbed power approaching 1 kW resulting from removing the higher order harmonics from the beam. M2 is located after

the monochromator and restores the beam to horizontal. These mirrors were found to significantly perturb the beam divergence: given the 0.3  $\mu\text{rad}$  specification on their slope error, one would expect a contribution of  $\sim 0.3 \times 2$  (reflection)  $\times 2.35$  (sigma  $>$  FWHM)  $\times 1.4$  (2 mirrors) = 2  $\mu\text{rad}$  FWHM to the outgoing beam divergence. However the measured result shows closer to 8  $\mu\text{rad}$  increases in divergence, and a highly structured beam. This divergence is a problem because it reduces the throughput of the offset crystals and also causes local heating of the backscattering crystal, adversely affecting the resolution. Wave optical calculations (SRW and direct Fresnel integral approach) using the measured slope error of each mirror suggest the measured results are within reason given the measured figure error of the mirrors. [The figure/slope error of the mirrors was kindly measured several times by the optics group, and they are now in the process of setting up an in-situ measurement apparatus]. We are now investigating improved polishing of the mirrors: for M2 this appears straight-forward, while for the longer M1, there may be some technological issues.

Notably, the mirrors do not introduce significant vibrations at the 0.25  $\mu\text{rad}$  level. However, some indications of drifts on few-hour (day) time scales indicate that there may be some issues to be solved with respect to stability. Purchasing/installation of temperature sensors are now in progress.

Despite concerns from the optics group, there has been no evidence of beam-induced electrical noise from M1 (which has been observed at other beamlines)

**Focusing Mirrors (M3, M4):** M3 and M4 are elliptically bent cylinders that focus the beam for the high-resolution (M3) and medium resolution (M4) spectrometers. M3 was tested previously and performs well. M4 was installed in 2012 and was tested and found to also perform well, with a focal spot size of about  $20 \times 40$  (V  $\times$  H)  $\mu\text{m}^2$  in the FWHM at the medium resolution spectrometer sample position.

**Offset Crystals:** Two reflections (Si(111), (220) or (400), depending on setting) are used to translate the beam vertically by  $\sim 400$  mm and to reduce the heat load onto the backscattering crystal. We improved the stability of these crystals by adding temperature stabilization to the first crystal. This had a significant improvement in the short-term stability after, e.g., opening the hutch door or turning the beam on and off, and has made practical running conditions much easier.

**Medium-Resolution In-Line Monochromator:** Several medium-resolution monochromator setups were tested due to poor performance. Significant work was needed to improve the polishing of one channel-cut crystal, which then improved the throughput. There are still some local heat-load issues that need to be addressed, and a re-design of the holders (and slight modification of the crystals) is now in progress, to be complete by October 2013. Some T-control will also be needed to improve stability in the face of the heating from the incident x-ray beam.

**Medium-Resolution Spectrometer Mechanics:** This is largely complete. The Rxy stages for the medium resolution analyzers were installed in the vacuum chamber. A slit system and flux monitoring system has also been installed. The Eulerian cradle for this spectrometer was also installed. Pieces for the two-theta encoder were purchased and will be installed in the next year.

**Medium-Resolution Analyzer Crystals:** The smaller (1.9 m) radius of these crystals requires a different fabrication scheme than for the high-resolution crystals: essentially the small radius makes gold diffusion bonding impractical. Initial tests with direct gluing of silicon to the substrate were not successful. Therefore, in collaboration with the optics group, we are now pursuing in-house R&D to fabricate analyzers via anodic bonding. At present, many pieces have been ordered but in-house tests have not yet started.

**High-Resolution Backscattering Monochromator:** Good performance.

**High-Resolution Spectrometer Mechanics:** While generally performing well, there were some issues with the long-range motion of the spectrometer arm. The granite was therefore re-polished in the early part of 203. Notably, there has been no problem with sinking of the experimental floor as occurred at BL35XU. This may be due either to differing quality of the floor around SPring-8, or to the strong efforts to distribute the weight at BL43LXU (the weight of the granite at BL43LXU is more than that at BL35XU).

**High-Resolution Analyzer Array Mechanics:** Good performance.

**High-Resolution Analyzer Temperature Control:** Good performance. Now investigating gradient control to improve resolution.

**High-Resolution Analyzer Crystals:** Finally, after > 2 years of R&D in collaboration with SPring-8, in 2013, Sarton-works has begun to deliver consistently good analyzer crystals. 5 of the last 6 delivered were of good quality, with ~1.6 meV resolution (or better) and reasonable reflectivity.

**High-Resolution Analyzer Cross-Talk:** Beam from one analyzer scattering into a detector that is designed for a different (neighboring) analyzer is called cross-talk. This results from the relative closeness of the detectors for the different channels, and from an imperfect analyzer focus. This is presently ~5% which is large, and will be reduced by installation of a collimator and by improvement of the analyzer crystals. First attempts with collimator reduced the cross-talk, but also increased backgrounds. A next iteration is being considered.

**IXS Detectors:** Good Performance, no changes.

**Sample Environment:** Severe problems were encountered using an ARS closed-cycle cryostat. There was periodic sample motion, on a several hour time scale, at the level of  $\pm 100$  microns transverse to the beam. This made it impossible to use this cryostat for experiments (and also required significant time to isolate and investigate). This was independently verified through several setups done by different experienced people. ARS unfortunately has no explanation and will not accept the cryostat to look at it. Experiments were then done using an old closed cycle cryostat without difficulty. This remains a problem at this time.

To summarize there have been several areas of good progress at BL43LXU including the consistent delivery of good analyzer crystals, the installation of the remaining IDs and the first experimental data from the high-resolution spectrometer. Commissioning of the high-resolution spectrometer for long scans (electronic excitations) is expected to begin in the fall of 2013, while that of the medium resolution spectrometer will continue, but also depends on the progress fabricating the analyzers.

(Alfred Q. R. Baron,)