

### 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 のビームライン利用技術の高度化にむけたパイロットビームラインならびに理研内での放射光利用研究の推進を目的に、現在立上げ調整中のビームラインを含め9本の理研ビームラインを設置している。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) を1本目に、コヒーレント X 線の利用技術開拓に向けた物理科学ビームライン I (BL29XU) や 27 m のロングアンジュレータからの超高輝度放射光を利用可能な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、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タンパク質微小結晶構造解析用のターゲットタンパク質ビームライン (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。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立上げ調整と測定技術開発を進めている。

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> を開発導入した。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。

2013年度は、高難度試料の構造解析を目指した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、実験ステーション機器の高度化を行った。BL26B1 の試料ゴニオメータを2012年度に調達したエアベアリング型スピンドル軸へと更新し、JASRI 制御・情報部門の開発による汎用小計測器 Blanc8 による制御系を構築して2013A期よりユーザー利用を開始した。最大 30 rpm の高速回転及び 1  $\mu\text{m}$  以下の偏心精度により、微小結晶のセンタリングを高速かつ精密に行うことが可能となった。また2013B期には、微小結晶観察の効率化のため X 線同軸カメラを、自動ズーム機能を備えた高倍率の顕微鏡システムへと更新し、さらに微弱な回折強度の高 S/N 測定を目指して新規コリメータを導入して回折像のバックグラウンド散乱の低減を図った (図1)。

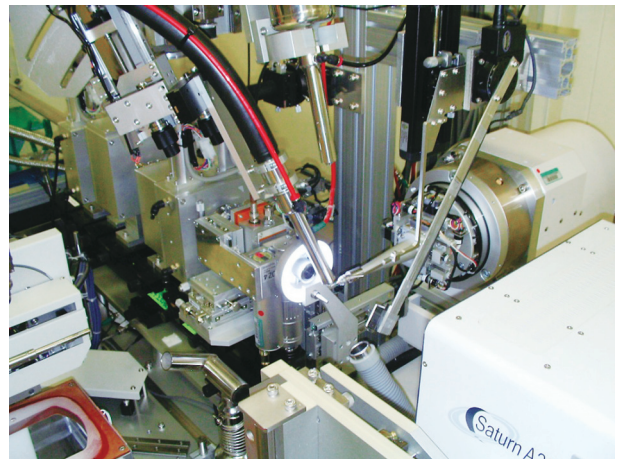


図1 BL26B1 回折計の新規同軸カメラ、コリメータ及びエアベアリングゴニオメータ

#### 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.

(上野 剛、村上 博則)

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。2013年度は2012年度から継続して、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。これらの高度化に加え、創薬等支援基盤プラットフォー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、インパクトの高い成果が着実に得られている[4, 5]。

本ビームラインでは継続して、特に10～50 μm程度のLCP (脂質メソフェーズ) 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結晶のデータ収集では不透明な脂質に埋もれた微小結晶を探索する必要があるが、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 (ラスタースキャン)。この作業効率が実験効率に直

結することから、まず高速読み出しが可能なX線CCD検出器 (2012年度性能評価済み: Rayonix社製MX225HS) の導入を行った。これにより、ラスタースキャンの速度は向上したが、次に得られる回折像を評価するステップが問題となった。高速で得られる回折像の中から「回折点」が観測されたものを選び出し、対応するゴニオメータ座標を記録する必要がある。このステップは従来、マニュアル操作により行っていたが、データ取得の速度が向上したため自動化が必須であった。新規に開発したSHIKAシステム (図2) はデータストレージを監視し、新しいラスタースキャン回折像が取得されるごとにそれらをPCクラスター上で並列的に画像処理、回折スポットが観測されたゴニオメータ座標、即ち、結晶が存在する位置をGUI上に表示することが可能である。これによりラスタースキャンによる微小結晶の位置特定、スクリーニングの速度を劇的に向上することに成功した。

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。

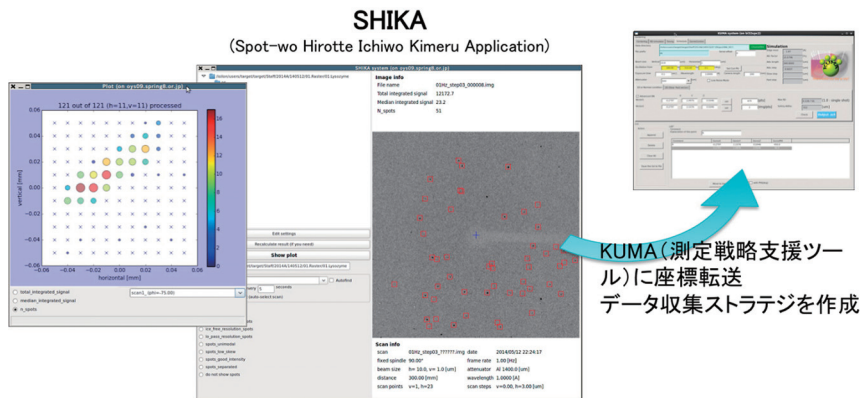


図2 ラスタースキャンを効率化するGUIプログラム (SHIKAシステム)  
(中央) 回折像上、自動検出された回折点が赤い四角で表示されている (左) 回折点の数や強度などのスコアの高い位置が一目できるプロット。結晶の形状や大きさが視認可能 (右) スコアの高い座標は測定戦略支援ツール (KUMAシステム) に座標を転送し測定のさらなる効率化を実現

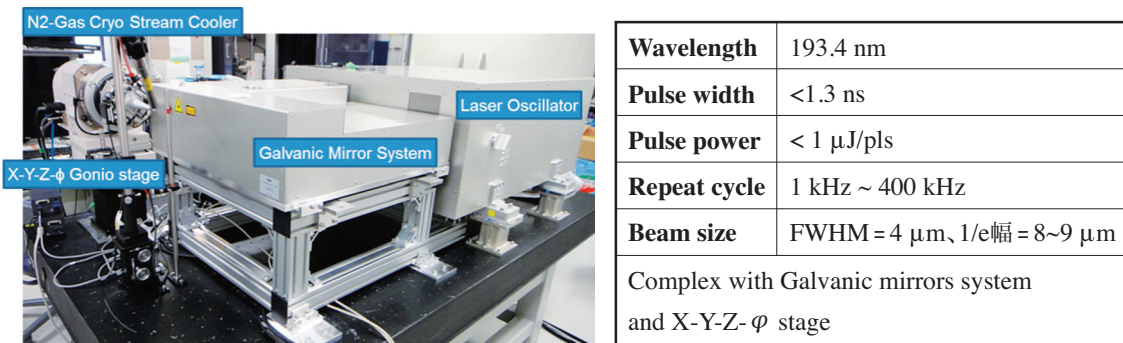


図3 深紫外レーザーを用いたタンパク質結晶加工機 全景と諸元

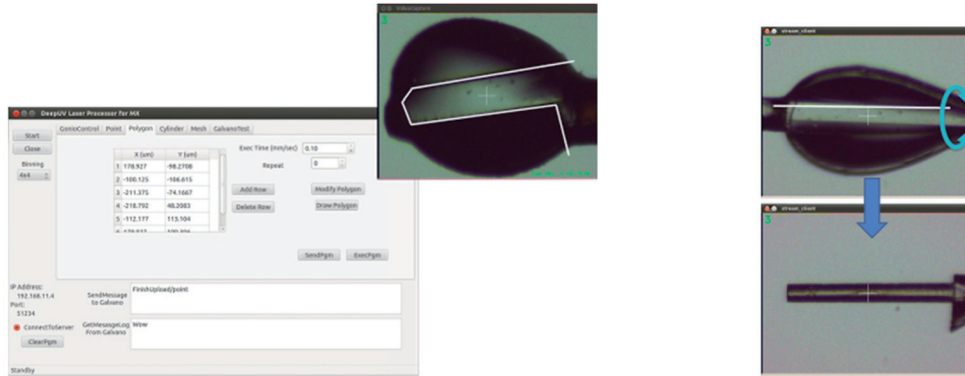


図4 開発した結晶加工機制御ソフトウェア

左) 結晶観察画面上で任意のポリゴンラインを描くことによって任意形状への加工が実現されている。

右) 円柱状の加工を行う場合は、レーザーをガルバノメータシステムで走査しつつ結晶を回転することによって実現される。

2013年度は、2012年度に引き続き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た(図4)。供用開始は2014年4月を予定している。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。

#### 参考文献

- [4] T. Nishizawa, S. Kita, A. D. Maturana, N. Furuya, K. Hirata, G. Kasuya, S. Ogasawara, N. Dohmae, T. Iwamoto, R. Ishitani and O. Nureki: *Science* **341(6142)** (2013) 168-172.
- [5] Y. Tanaka, C. J. Hipolito, A. D. Maturana, K. Ito, T. Kuroda, T. Higuchi, T. Katoh, H. E. Kato, M. Hattori, K. Kumazaki, T. Tsukazaki, R. Ishitani, H. Suga and O. Nureki: *Nature*, **496** (2013) 247-251.

(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ステーションの全ビームタイムの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。

2013年度は、主に検出器制御システムの更新、スリットの更新、及び実験架台の改良を行った。SAXSステーションでは、測定目的に応じてPILATUS 300K-W、イメージンテンシファイア、R-AXIS IV++、そしてWAXS同時測定用のフラットパネルセンサーの4種類の

検出器が利用可能である。これらの検出器は異なるソフトウェアで制御されているため、ユーザーは各ソフトウェアの使い方を習熟する必要があった。習熟の煩雑さを解消するため、PILATUS用の制御ソフトウェアを改良し、全ての検出器を同一のユーザーインターフェースで制御できるシステムを新たに構築した。このシステムでは、同期信号を4chデジタルパルス発生器で発生させることにより、検出器、X線シャッター、入射・透過X線強度モニター読取りの動作をミリ秒以下で制御することを可能とした。これにより時分割測定時の同期精度や読取り精度が向上した。SAXSステーションは、光源から59mの検出器受光面までの間に、光源からそれぞれ37m、43m、54mの位置にX線整形用の第一、第二、第三の4象限スリットを設置している。第二スリットは経年劣化によりその開口精度が不十分で、また集光ミラー下端より2m下流の近接位置に設置されているために集光ミラーで発生する寄生散乱を十分除去することができなかった。そこで、第二スリットを更新するとともに、設置位置を6m下流(光源より49m)に移動した。下流に移動することにより、長いカメラ長(〜3.5m)での測定時にビーム整形用スリットとして十分な機能を発揮して寄生散乱を低減することができた。また、試料位置上流のヘリウムパス、下流の真空パイプの窓材をPEEKからSiNに変更することにより、窓材からの寄生散乱を1/40に低減することに成功した。SAXSステーションは、カメラ距離0.4m〜3.5mの範囲で測定できるようにX線光軸方向にスライドできる実験定盤を設置している。今まではカメラ距離の変更時に、直径400mmのカメラ真空パイプをカメラ距離に合わせて架台から取外す必要があった。この煩雑さを解消するために、実験定盤にカメラ真空パイプの光軸直交方向へのスライド退避機構を導入した。退避機構の導入により、日常のカメラ距離変更の作業時間の短縮とともに真空度が安定した。この改造に併せて、入射X線と同軸の調整用可視レーザーを設置し、実験変更に伴う機器設置時のX線光軸調整の簡

便化を図った。試料周りでは、フィルム・ファイバー用のサンプルチェンジャーを開発して24試料の連続測定を可能とし、測定スループットの向上を進めた。溶液散乱測定に向けては、ストップフロー混合装置を更新し、等量混合に加え、異なる混合比での時分割測定実験を可能とした。

運用面では、構造生物学や材料科学の新規利用研究の支援を進め<sup>[6, 7]</sup>、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

- [6] T. Fukino, H. Joo, Y. Hisada, M. Obana, H. Yamagishi, T. Hikima, M. Takata, N. Fujita and T. Aida: *Science*, **344(6183)** (2014) 499-504.
- [7] R. Kojima, M. Okumura, S. Masui, S. Kanemura, M. Inoue, M. Saiki, H. Yamaguchi, T. Hikima, M. Suzuki, S. Akiyama and K. Inaba: *Structure*, **22(3)** (2014) 431-443.

(引聞 孝明)

#### 4. 物理学ビームライン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の立ち上げ完了、2001年度に実験ハッチ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、光学系の調整・維持に関しては、2010年度にフロントエンドの可動マスク位置の再調整を行った。さらに2012年度には分光器第二結晶の温調用水冷チラーの不調によるビーム位置の不安定性が現れたため、チラー交換等で対応したものの、分光器全体に、老朽化によると思われる機械的、熱的な不安定要素が目立つようになった。そのため2013年度では、年度末の点検調整期間中に二結晶分光器のオーバーホールを行った。すなわち、分光結晶、結晶ホルダー、ステップモーター、配線、冷却配管を交換し、分光器チャンバーの内部のほぼ全ての部品を新規格に更新した。また、2012年度に問題となった第二結晶の温調に関しては、ヒーターを用いる方式に変更した。

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スの整備（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。また、2012年度には、各実験ステーションで、ビームモニター系の整備が重点的に行われ、

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実験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。以下に2013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が行われた。実験ハッチ2、及び3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たピコ秒時間分解X線回折実験や、新粒子探索のための光子-光子衝突実験の予備実験が行われた。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や、X線ファイバー光学系の開発が行われた。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、玉作 賢治)

#### 5. 物質科学ビームライン (BL44B2)

BL44B2は、2009年度から新たに物質科学ビームラインとして理研ユーザーの利用を開始している。利用可能な装置は常設のデバイセラーカメラのみだが、回折・散乱データから得られる構造情報をもとに物性・機能を理解することを目的としていることから、物質科学というビームライン名称となっている。そのための最も重要な計測基盤であるX線検出器として、DECTRIS製の一次元フォトンカウンティング型検出器MYTHENに1 mm厚のシリコンセンサーを採用し、独自のシステムとして発展させてきた。具体的には、8個のモジュールをジグザグに配置することで、 $2\theta$ 方向に $0^\circ$ から $80^\circ$ まで完全にギャップのない状態を実現している。このギャップレス配置、広いダイナミックレンジ（24ビット）とオンライン高速読み出し機能（サブ秒）などの特長とSPring-8の高エネルギーX線を組み合わせて、水素吸蔵下などのin situ全散乱実験が行われている。この検出器システムを活用すれば、全散乱によるPDF解析とブラッグ回折によるRietveld解析から、それぞれナノからサブミクロンスケールの短中距離秩序構造と、ミクロンスケールの長距離秩序構造を同一データからシームレスに得ることが期待される。また、新たに導入したアライメントレス自動サンプルチェンジャーをこの検出器と組み合わせることで、従来の自動試料アライメントによるロスタイムやトラブルを排除した高速自動測定も可能となっている。

(加藤 健一)

## 6. 物理科学ビームラインⅢ (BL17SU)

BL17SUは、軟X線領域の各種分光法や各種計測技術、ビームライン要素技術等の高度化を図ること、先端的光科学研究や物質科学研究の推進を図ることなどを主な目的とし、理化学研究所専用の軟X線ビームラインとして運営されている。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年度の秋から本格的な運用を開始しており、2005年度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2012年度に引き続いて進められた。また、2013年度には、固液界面でおきる不均一な現象を観察するための軟X線顕微鏡の開発がスタートし、ウォルターミラーやCCD素子などの組み合わせにより、分解能1  $\mu\text{m}$ 程度の達成を目標にしている。2014年度中の稼働を目指して鋭意立ち上げ作業が進められている。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。2013年度はレアメタルフリー磁性材料やグラフェンを中心としたグリーンナノ材料の解析を行った。また、装置面の高度化案件として、外場印加サンプルホルダーを開発し、これを用いたオペランド顕微分光測定に應用している。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2012年度に引き続いて行われた。

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2012年度に引き続いて行われた。また、高分解能円偏光軟X線ビームを用いて、 $\text{DyFe}_3(\text{BO}_3)_4$ の四極子カイラルドメインイメージのマッピング (空間分解能は約20  $\mu\text{m}$ ) に世界で初めて成功した。また2013年度より、XFEL施設での研究の展開を想定し、東北大学多元物質科学研究所・産業技術総合研究所・京都大学などとの共同研究として、分子イメージングの開発研究を推進している。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、2013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が鋭意進められている。

(大浦 正樹)

## 7. 物理科学ビームライン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年度から利用開始、光源から98 m) は名称が変更された。

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。2013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線を用いたベリ一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TCセクションの分光器内部の駆動ステージや液体窒素配管類を低振動型に刷新した。2013年度には、分光器の性能評価が行われ、従来型から劇的に振動が低減されている事が確認された (図5)。

さらに、同様に2012年度に刷新された、TCセクションのTCミラー (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) の性能評価を行った。第2ミラーのミラー表面には、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、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の評価を行った。放物面ミラー下流では、光源からの距離が約1000 m、約50 mの2つの実験ハッチで大差ない、垂直ビームサイズ0.7 mm、0.6 mm (FWHM) が実現された。この結果から、ビームの平行度として、ほぼ理論値に近い0.08秒角が達成されている事が分かった。長尺棟でも輝度が高く、平行度の高いX線を利用可能な事が示された。

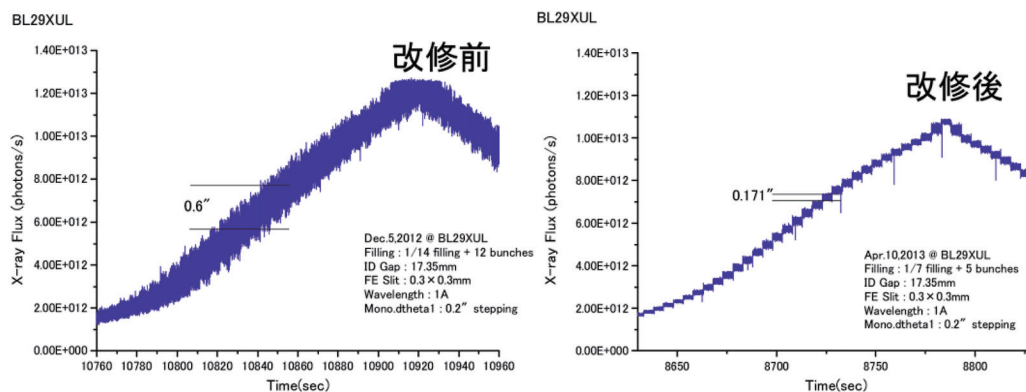


図5 5秒毎に $\Delta\theta_1$ を $0.2''$ 変えた際に検出された強度変化。横軸が時間、縦軸が強度で、縦の線幅が安定性を表す。改修後、初めて階段状の時間変化が観察できるようになった。

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。2013年度は、可視光顕微鏡と試料の干渉を避けるためのリミット設定などの見直しが行われ、ユーザー実験に供用された。

(香村 芳樹、玉作 賢治)

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

Commissioning of BL43LXU continued 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, 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, first a very brief summary: for high (1.5 or 1 meV) resolution the beamline is running at approximately half strength in terms of flux onto the sample, with issues regarding the IDs and mirrors limiting this, while for lower resolution, it is approximately 1/3 strength. These issues should be resolved during the 2014B round. High resolution analyzer crystal production reached a brief high point in quality at the beginning of 2013 before a reversion to an old problem slowed things again (as nearly as we can tell, this was just a procedural failure on the part of the contracting company). However, improvements in temperature control allowed gradient operation to achieve a record 0.74 meV resolution with a spherical analyzer. Medium resolution analyzers are nearing completion of the first test piece, expected during the summer of 2014. Several test experiments run at the beamline revealed both directions that need to be improved, and yielded some promising data.

**Electron Orbit:** Issues with steering the electron beam through the three insertion devices are improving. After the very serious problems in 2013, the electron orbits were improved. However, slow drifts and jumps are sometimes still observed. The beam dynamics people (Takao, Soutome, et al.) are in the process of improving the feedback system (including the sensors on all the BL43LXU IDs) and it is hoped the orbit will be finally well stabilized. Work on this is/was slowed by the requirement that orbit tests are only possible during machine time. Also, measurement of the precise photon beam axis for all three IDs is time consuming.

**Insertion Devices:** The problem of the radiation of upstream IDs heating the covering of the downstream IDs was partly, but not completely, solved by replacing the covers on the magnet arrays with thicker ones mounted more carefully in the hope that the development of local hot-spots could be reduced (Tanaka, et al). The covers were replaced during the long winter shutdown in 2014. However, while the situation improved, it was still possible to dump the beam by closing the 3 ID gaps: it seems (after opening the IDs in the summer of 2014) that some of the new covers were not entirely flat and well attached to the magnet arrays. These will be replaced in the summer of 2014.

**High-Heat Load Mirrors (M1, M2):** As discussed in the previous years annual report, issues with the perfection of M1 and M2 were limiting performance. Both mirrors were sent out for additional polishing. One (sent to JTEC) is on track to be returned in September of 2014, while, unfortunately, one (sent to Winlight X) has been delayed at least until November of 2014. One retains some hope that they can be commissioned still within 2014.

**Offset Crystals:** These continue to perform well after the installation of temperature control and shielding.

**Microfocus:** Many experiments, especially those for high pressure, require a beam smaller than the  $\sim 40 \times 50 \mu\text{m}$  default size. We installed a prism lens that was successful in reducing the horizontal beam size to  $15 \mu\text{m}$  (FWHM) with a high ( $\sim 78\%$ ) throughput at 21.7 keV. We are now in the process of obtaining a complimentary elliptical mirror that is expected to reduce the vertical beam size to 12 microns.

**Medium-Resolution In-Line Monochromator:** The mounts for the in-line monochromators have been improved to allow cooling and careful temperature control.

**Medium-Resolution Analyzer Crystals:** In house R&D (largely by D. Ishikawa) has now progressed to a point where we expect to try fabricating the first analyzers crystals within the next couple weeks (before the start of the 2014B run). The anodic bonding process seems well controlled, and subsequent dicing is relatively easy, and the main issues with etching also seem resolved. First tests with gluing on smaller appear to have gone well. Gluing the full size analyzers is next.

**High-Resolution Analyzer Temperature Control:** Gradient operation was established on several analyzers. This allowed a best-case resolution of 0.74 meV at 25.7 keV (Si (13 13 13)), which, is so far as we know, a record for a spherical analyzer. Further, it performed stably over a period of several weeks. Note that this operation requires setting and then maintaining a gradient of  $\sim 10 \text{ mK}$  over a  $\sim 10 \text{ cm}$  scale analyzer.

**High-Resolution Analyzer Crystals:** After a series of 5 good crystals delivered at the end of FY2012, a new order was placed in FY2013. However, these crystals were delivered with poor resolution. Investigation showed that this was due to the presence of silicon dust and polishing powder in the grooves between the crystallites, resulting from the last polishing step to remove the backwall. (While this may not sound severe, the powder is actually under pressure, significantly strains the crystallites, and is rather difficult to remove). This problem had been encountered early in the process, and then fabrication methods had been changed to avoid it. Somehow the updated process was neglected by the company in the most recent batch. The analyzers are being repaired or replaced.

**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. Several solutions were attempted, and some successfully reduced the cross-talk but, also increased the background, and this was deemed unacceptable. A new collimator design has been fabricated and will be tested.

**IXS Detectors:** Increase in dark count rates have been noted on some channels. In one case this may be due to a bad amplifier channel, in other cases, to the cabling. The cables are being replaced for some channels.

**Sample Environment:** The issues with the motion at the sample position of the ARS cryostat finally lead to a replacement of its cold head. A first test suggested the system now was more stable, though more tests are needed. An order for a different cryostat (designed to reach 2 K) is now in progress, as is an order for a 7 T magnet.

**Electronic Excitations with High Resolution:** Attempts to measure electronic excitations on the high-resolution spectrometer were successful for a known sample, but not on new samples. It is expected that this is due to insufficient flux, and the samples be either re-tried when the beamline is closer to full power, or moved to the medium resolution spectrometer (in fact, probably both, with the medium resolution setup used first to measure with poorer Q and energy resolution and then this followed by high resolution studies, as indicated).

**High Pressure DAC Work:** Several experiments were carried out with high pressure DACs. These showed improved resolution using the Si(11 11 11) with comparable count times as for worse resolution at BL35XU. However, the focus in the future will be to attempt to do them more quickly with lower resolution, as it seems the main limiting point is sample stability - samples at  $T > 1000 \text{ K}$  and high pressure are not always stable. Especially, liquids tend to migrate within the pressure cell. This also seems to be highly sample preparation dependent.

(Alfred Q. R. Baron)