# 3-3-2 理研ビームライン

理化学研究所・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や利用システムの開発 高度化、SACLAの新規利用技術に向けた様々なR&Dに 対応し、また理研内の物質科学や生命科学での放射光利 用研究を推進するために、現在9本の理研ビームライン を設置している。稼働中の理研ビームラインには、膜タ ンパク質の微小結晶構造解析で成果を挙げているターゲ ットタンパクビームライン (BL32XU) や、コヒーレン トX線による走査型回折顕微法(タイコグラフィー法) で奥行き方向の情報を得る新しい手法を開発した物理科 学ビームライン I (BL29XU) 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本の理 研ビームラインが順調に技術開発と利用実験を進めてい る。また、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2016年度からの利用 開始に向けた最終の立上げ調整・測定技術開発を進めて いる。

以下では、ビームライン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) の現状について報告する。 (山本 雅貴)

1. 構造ゲノムビームライン | & || (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に対する迅速かつ 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 ユーザー利用に供するとともに、同システムの高度化を継 続的に進めている。これまでに光学系・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ソフトウェ アBSS (Beamline Scheduling Software)<sup>[1]</sup> 及び自動サン プルチェンジャー SPACE (SPring-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger)<sup>[2]</sup>の開発によるビームライン 自動化を推進し、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 ータ収集や、結晶センタリング等の条件設定でより柔軟 な利用が可能な遠隔実験システムを開発導入し、サイト 外からのビームライン遠隔利用も可能となっている。

2015年度は、BL26B2における効率的な結晶スクリー



図1 BL26B1 回折計に設置した HAG- クライオノズル自動切り 替え機構

ニングや高精度データ収集に向けた実験ステーションの 高度化として、BL26B1同様自動ズーム軸付き高倍率同 軸カメラと可動式コリメータの導入を行った。また汎用 小型計測器Blanc8による制御系を構築し、CMOSフラ ットパネル検出器(浜松ホトニクス社製)による高速デ ータ収集システムを利用可能とした。現在BL32XUにて 開発したZooシステムを利用したルーチン構造解析の測 定自動化、及び自動データ処理パイプラインの開発を進 めている。

またPVA(ポリビニルアルコール)溶液でコーティン グした試料結晶に対しオンラインで湿度制御を行うHAG (Humid Air and Glue-coating)システム<sup>[4]</sup>をBL26B1 及びBL26B2に導入してユーザー利用を開始した。同シ ステムにより室温でのデータ収集の他、BL26B1ではク ライオ条件への自動切り替え機能により、最適な湿度条 件の探索及び試料凍結も可能となっている(図1)。

また、2014年度よりタンパク結晶の紫外可視吸収分光 及びラマン分光の実現を目的とした顕微分光装置の開発 を行っており、2015年度はX線回折実験と並行して分光 測定を行えるよう、ビームラインへ設置可能な装置の開 発を行った。本装置はBL26B2への設置を想定しており、 X線光軸と分光光学系の光軸を一致させることによって、 タンパク結晶中のX線が照射された領域のみを容易に測 定することが可能である(図2)。





図2 (左) BL26B2に設置された顕微紫外可視吸収-ラマン分光装置。 (右) X線照射による Glycerol 溶液の波長 600 nm における透過率変化の同時測定結果

### 参考文献

- [1] G. Ueno, et al.: J. Synchrotron Rad. 12, (2005) 380-384.
- [2] H. Murakami, et al.: J. App. Cryst. 45, (2012) 234-238.
- [3] N. Okazaki, *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **15**, (2008) 288-291.
- [4] S. Baba, et al.: Acta Cryst. D 69, (2013) 1839-1849.

(上野 剛、河野 能顕)

### 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 な疾病や重要な生命現象に関わるタンパク質群の研究に 重点が置かれており、それに伴い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。2007年度から文部科学省『ターゲ ットタンパク研究プログラム』、2012年度からは創薬等 支援技術基盤プラットフォーム事業の一環で理研ターゲ ットタンパクビームラインBL32XUの研究開発を進めて いる。2015年度は2014年度より継続して、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。2014年度までに多数の結 晶から少しずつデータを集め、それらをマージすること で構造解析に用いる完全なデータを得る測定戦略が有効 であることを実験的に確認した(京都大学との共同研究)。

2015年度は構築したパイプラインを高度化し、全自動 データ収集システム(Zooシステム)が完成した。タン パク質結晶からX線回折データを収集する際、クライオ ループと呼ばれるサンプルマウントを用いて結晶を拾い 上げておく必要がある。本システムでは、ユーザーは1 つのループに多数の結晶を拾い上げ、液体窒素中で凍結

したものを複数用意して測定を開始する。ビームライン では図に示す順序でループが処理される。サンプル交換 はロボットによって自動で行われ、まず同軸カメラ映像 の画像処理による自動のループ位置調整が行われる(プ ログラム INOCC)。結晶の位置を正確に決定するため低 線量の回折スキャンを行い、回折パターンが観測された 結晶位置をマッピングする(プログラム SHIKA)。検出 された結晶位置から、放射線損傷を考慮したデータ収集 条件を決定(プログラムKUMA)したうえで、1 結晶か ら5-10°程度ずつデータを収集する。集めたデータは、 自動的に指数付け・積分処理が行われ、さらにデータの クラスタリングや異常値除去を行ったうえで、マージ処 理を実行して自動的に最終データを出力する(プログラ ムKAMO)。このZooシステムをユーザーが利用するこ とで、膜タンパク質を含む多数の構造解析に成功してい る。特に結晶を大きく成長させることが困難な場合に有 効で、全自動測定であるため、ユーザーの負担を大幅に 軽減することができた。

本Zooシステムは更なる高速化・高効率化だけでなく、 幅広い結晶サイズにも対応するべく高機能化を進めてお り、BL32XU以外のビームラインにも展開し利用可能に する予定である。

創薬等支援基盤プラットフォームにおいては、ポータ ルサイトを通じて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<sup>[5-9]</sup>。

参考文献

- [5] H. Tanabe, et al.: Nature **520**, (2015) 312-316.
- [6] Y. Saitoh, et al.: Science 347, (2015) 775-778.
- [7] R. Taniguchi, *et al.*: *Nature Communications* 6, (2015) 1-10.



図3 全自動データ収集システム(Zooシステム)の概要

- [8] M. Fukuda, et al.: Nature Communications 6, (2015) 7097.
- [9] Y. Lee, et al.: Nature Communications 6, (2015) 6112.

(平田 邦生、河野 能顕、山下恵太郎)

# 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。また、2014年度より 創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業にてSAXSス テーションでの解析支援を進めている。

2015年度は、2014年度に導入した大面積2次元検出 器 PILATUS3X 2Mの高感度・高速撮影の特性を最大限 に活用すべく、測定プログラム"DataCollector"、画像 データ処理プログラム"DataProcess"の改良と開発を行 った(図4)。

本プログラムでは測定とともに自動的に画像データを 表示し、散乱強度の円環平均及び入射強度での規格化を 行う。さらに溶液散乱測定においては、溶媒データの除 算とギニエ解析による慣性半径とゼロ原点散乱強度の算 出も行い、ユーザーは測定と並行して効率的にデータの 分析を行うことができようになった。高速検出器による 時間分割測定とオンタイムデータ分析により、高強度入



図4 測定・自動分析プログラム



図5 オンラインFPLCシステム(左)とオンタイム解析ステム(右)

射X線による測定試料の放射線ダメージを除去したデー タ測定と解析を効率的に進めることができるようになっ た<sup>[10]</sup>。また、異方性試料に対しては検出器を自動的に オフセットし連続撮影した画像データを結合させること により、ブラインド領域のない2次元散乱・回折画像の 取得も自動で可能である<sup>[11]</sup>。

試料環境では、タンパク質溶液散乱測定のために真空 封入型フローセルとオンラインFPLCシステムを開発し た(図5)。ゲルろ過カラムを接続することにより、解離・ 凝集反応が進行しやすいタンパク質複合体試料溶液でも、 効果的に単分散散乱強度測定が行えるようになり、測定 前の試料調整の簡略化及び測定試料量の減少が見込まれ る。

また、既設のGIステージを改良して温度調整機能を付加し、室温から400℃までの環境温度での表面構造解析 を可能にするとともに<sup>[11]</sup>、湿度調整吹き付け装置を導入し任意の湿度雰囲気下<sup>[12]</sup>または有機溶媒雰囲気下での測定を可能にした。様々な温度、大気雰囲気などの条件下で生体物質及び高分子機能材料のX線散乱解析測定 を行うことによりさらなる構造一機能相関解析を可能とした。

参考文献

- [10] K. Maeshima, *et al.*: *EMBO Journal* **35**, (2016) 1115-1132.
- [11] N. Seiki, et al.: Science **348**, (2015) 1122-1126.
- [12] K. Yazawa, et al.: Biomacromolecules 17, (2016) 1057-1066.

(引間 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年度に実験ハッチ 1~3の供用を開始し、2001年度に実験ハッチ4が拡張 された。これまで光学ハッチでは、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 の高度化を進めてきた。一方で2012年度頃には分光器 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てきた。このため2013年度末に 分光器のオーバーホールを行い、チャンバーの内部のほ ぼ全ての部品を新規格のものに更新した。その他維持管 理の一環として2010年度と2014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。実験ハッチの高度 化・維持管理に関して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(2009年度)、K-Bミラーによ る100 nm集光(実験ハッチ4、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。

2015年度は2結晶分光器内部の液体窒素配管の更新を 行った。これにより配管の振動が抑えられ、ビーム強度や 位置の安定性が向上した。低エネルギーでも使える入射 強度モニタとして、真空対応のビームモニタを開発した。 このビームモニタはダイヤモンド薄膜からの散乱X線と 可視の発光を、同時にフォトダイオードとCCDカメラで 観測できる。ダイヤモンド薄膜の高い透過率によりビー ムの強度、プロファイル、位置を実験中常時モニタでき るようになった。2015年度はこのビームモニタを2台製 作した。1台は実験に応じて任意の場所に設置可能であ る。もう1台は真空スリットと組み合わせて、実験ハッ チ2の最下流に常設した(図6)。これにより実験ハッチ 3のK-Bミラーへの光軸調整が容易になった。K-Bミラー では横集光ミラーの視射角を、これまでの1.5 mradから 3 mradのものに更新した。横方向のビームを全て取り込 めるようになり、強度が向上した。さらに省エネルギー 化のためにハッチ内の照明を全てLEDに交換した。蛍光 灯に比べて発熱が少なく、ハッチ内の温度安定が良くな った。



図6 BL19LXUの実験ハッチ2の最下流に常設された透過型ビー ムモニタ。ビーム強度とプロファイルを常時モニタできる。

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 新手法の開発が進められている。以下に2015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、 核共鳴散乱による酵素反応の研究、未発見素粒子の探索 実験、X線磁気回折実験が行われた。大型機器が持込で きる実験ハッチ3では硬X線光電子分光(HAXPES)実験、 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、検出器の評価実験が行われた。特に最初のテーマで はフェムト秒レーザーと組合せた時分割測定や円偏光・ 縦偏光を利用した2色性といった高度な実験配置が構築 された。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、強磁場下でのX線回折実験が行わ れた。SACLA利用課題の予備実験としてナノ秒領域での 時分割HAXPESが行われ、SACLAと相補的なデータが 得られた。

(玉作 賢治)

## 5. 物質科学ビームライン (BL44B2)

理研ビームラインBL44B2はSPring-8立ち上げ初期に 構造生物学用に作られたビームラインの一つであるが、 2009年度より粉末回折を利用した物質科学ビームライン として運用されている<sup>[13]</sup>。

# 大型放射光施設の現状と高度化

2015年度は、*In situマルチ*スケール構造解析に向け た評価版検出器であるギャップレス MYTHEN-8Kシス テムを、モジュールファームウェアのバージョンアップ を機に、12Kシステムへアップグレードした。これによ り、一度の測定でカバーできる角度範囲が80°から120° に拡張され、局所構造解析に一般的に必要とされる*Q*(=  $4\pi sin\theta/\lambda$ ) > 20 Å<sup>-1</sup> ( $\lambda < 0.55$  Åの場合)の全散乱データ が、平均構造解析に必要な逆空間分解能( $\Delta d/d$ )を犠牲 にすることなくシングルショットで得られるようになっ た。また、MYTHENで得られるデータを電子密度解析 で実績のあるイメージングプレート(IP)のデータと比 較・検討するために、IP読み出し装置を富士フイルム社製 BAS-2500からGEヘルスケア社製FLA 7000へ更新した。

10%の共用枠を含めた利用実験では、MYTHENとIP を併用したマルチスケール構造解析のための全散乱測定 も行われた。さらに、これまでに粉末回折用に開発した 電場下4 K回折計<sup>[13]</sup>をベースに、京都大学・堀彰宏氏 と協力してガス吸着下で粉末試料を4.5 Kから473 Kま で温度制御できる試料チェンバーとホルダーを考案し、 SACLAを使った動的機能空間のピコ秒解析(実験責任者: 京都大学・北川進)に向け予備測定を行った。

### 参考文献

[13] K. Kato and H. Tanaka: *Advances in Physics: X*1, (2016) 55-80.

(加藤 健一)

### 6. 物理科学ビームラインⅢ(BL17SU)

軟X線ビームラインである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、先端的な物質科学研究や光科学研究 を推進することなどを主な目的として運営されている。 2003年度に運転を開始し、各種調整運転の後、2004 年度の秋から理研ユーザーによる利用研究が開始され、 2005年度の秋からは全ビームタイムの20%をJASRI共 同利用課題に供出している。

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 構成となっており、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 器を整備して、エネルギー的に安定した高輝度軟X線ビ ームを各実験ステーションに供給している。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、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、各種液体・溶液を観察対象と し、溶液中の分子の電子状態を観察するための発光分光 実験が2014年度に引き続いて進められた。また、固液 界面でおきる不均一な現象を観察するための軟X線発光 顕微鏡の開発が継続して進められており、電気化学セル を用いた電極酸化反応の観察等が行われている。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。近年では、特に、結像型の顕微XAFS のツールとして注目され、2015年度も新規のユーザーグ ループによる利用研究の件数が増加している。年度末に は装置メーカーによる調整作業が行われ、経年劣化して いた顕微XPSのエネルギー分解能が回復するなどの改善 が進められている。出射スリット直下流のフリーポート では、窒素、酸素、二酸化炭素などを気相標的分子とし て光電子分光実験装置のガスセルに導入し、電離閾値ぎ りぎりの高輝度軟X線を用いて、極低エネルギー光電子 が電離/再捕獲過程で関与する標的分子解離ダイナミク スの観察が兵庫県立大学との共同研究として行われた。

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2014年度に引き続いて行われ、2015 年度も円偏光レーザーを用いたヘキサフェライト物質の 磁気カイラリティの制御を目指した実験が行われた。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。2015年度は、2種類の希ガス原 子 (Ne、Kr) を混合ガスとして装置に導入し、内殻光 イオン化とその後の緩和過程で放出される電子・イオン 対の3次元運動量を多重同時計測する実験等が行われた。 この他、2010年度末に導入された後置鏡システムによ り、持ち込み装置用フリーステーションの集光位置に~ 22 (H) × 8 (V) µm<sup>2</sup>程度のスポットサイズの集光ビーム が安定供給されるようになっているが、2015年度は、こ こに独自の後置集光システムを持った大気圧下ナノ顕微 分光システムが導入された。フレネルゾーンプレートに より軟X線ビームを~200 nmまで絞り、薄膜窓を通し て大気圧中の試料に導入し、蛍光収量法により2次元顕 微XAFS測定を行う装置である。また、最下流では、エ ネルギー・波数・深さ・時間・実空間といった多元的な 電子構造可視化を可能とする超高効率の光電子分光装置 の開発が2015年度より進められている。

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 が利用されており、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年から利用開始、光源から92 m)は名称が 変更された。

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。その後も、最新の低 振動化技術を、逐次、導入している。TCセクションには、 原子レベルで研磨されロジウム蒸着された JTEC 社製の X線ミラーが、2012年度に導入された。第2ミラーのミ ラー表面には、斜入射角が5 mrad (および3 mrad) に 対する焦点距離48 mの二種類の放物面領域が帯状に成 形されている。48 mは、このミラーと光源との距離に一 致するので、放物面領域に当たったX線は、ミラー下流 で究極的に平行度の高いビームとして出射させることが でき、干渉計応用などで新展開が期待される<sup>[14]</sup>。斜入 射角をより浅くし、5 mradから2.4 mradに変更するこ とで焦点距離を23 mとし、光源からのビームの垂直方 向の一次元集光像を実験ハッチ3に生じ、実験ハッチ3 でも実験ハッチ2とほぼ変わらない輝度での利用実験を 行えるようになった。また、実験ハッチ1の下流まで敷 設されていたタイミング信号を実験ハッチ3まで光ファ イバーで延伸し、その他のタイミング信号処理用の回路 を整備したため、実験ハッチ2(や実験ハッチ1)以外で 実施が難しかったHAXPES実験、装置の較正実験を実験 ハッチ3で行えるようになった。

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。2015年度には、 多数の照射で広い視野観察を可能にする走査型回折顕微 法(タイコグラフィー法)で、上流の仮想光源の開口を 広げ、試料位置でのコヒーレンスを低下させたとしても、 ビームの強度分布にモード分析の手法を適用することで、 試料像再生が可能であることが示された<sup>[15]</sup>。続いて、 放物面鏡と双曲面鏡の対を、二軸(水平方向、垂直方向) に組み、集光サイズが可変な光学系システムが実現され た。集光点の位置は変えずに、集光サイズを変更する事 ができ、調整可能である。各種走査型顕微鏡や回折顕微 鏡のプローブとして使用すれば、試料に適した視野での 観察が可能になる<sup>[16]</sup>。一方、微小歪みを与えた結晶に よってX線軌道の制御を制御するベリー位相光学に進展 が見られた。入射光軸と出射光軸が平行だという理論が 実証され、向きや角度発散を変えずに、500 Hz 程度で出 射位置を切り替え利用する光学系が実現された<sup>[17]</sup>。最 後に、X線自由電子レーザー利用研究において、ビーム 単色性を向上し、電子ビームのセルフシーディングを誘 導するためのダイヤモンド結晶など光学素子評価実験や 検出器の評価・開発も精力的に行われた。

# 参考文献

- [14] D. Takei, et al.: Journal of Synchrotron Radiation,23, (2016) 158.
- [15] N. Burdet, et al.: Applied Physics Letters, 108, (2016) 071103.
- [16] S. Matsuyama, et al.: Scientific Reports, 6, (2016) 24801.
- [17] D. Takei, et al.: Optics Express, accepted (2016) (香村 芳樹)
- 8. 量子ナノダイナミックスビームライン/ Quantum NanoDynamics Beamline (BL43LXU)

Commissioning of BL43LXU continued through this period. 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 March of 2016 BL43LXU also from the Engineering group (1 part-timer for ~5 hours a day) including some work on drawings, general technical support, and some software support (e.g. BL43LXU web pages). Note that in an effort to preserve a record of issues encountered, this report tends to emphasize the problems occurring at the beamline. However, first a very brief summary: This was the first period of relatively stable operation with multiple IDs in that both the issues with beam impedance and cover melting for the multiple IDs had been mostly solved (until a failure in July of 2016) and the orbit alignment and stability was relatively good. Other larger issues included remaining problems with the M1 mirror holder and chamber, that, hopefully, have been rectified, and then successful operation of a good MR setup with a single analyzer. Table 1 summarizes the achieved operating conditions. Given the relatively good stability, the BL was opened for proposal beginning in the fall of 2016.

**Electron Orbit:** The problems with the electron orbit were detailed in other places (e.g. see the previous years

Table 1 Achieved operating conditions. Flux's were measured with a diode at the sample position ("~" indicates estimated from another point at BL). The last two setups are not yet fully stable due to issues with M1. See text.

Res. FWHM [meV]	Energy [keV]	Flux [GHz]	Beam Size VxH [µm <sup>2</sup> ]	Setup & Comment
27	15.8	2300	20x45	MR (888) 3 IDs
>2.8	17.8	100	45x55	HR (999) 3 IDs
>2.8	17.8	~70	~16x16	HR (999) 3 IDs, μ
>1.3	21.7	25	45x55	HR (11), 2IDs
>1.5	21.7	34	45x55	HR (11), 3IDs
>0.75	25.7	~5	45x55	HR (13) 3 IDs

annual report, or AIP Conf. Proc. 1741, 020033 (2016)), but some idea can be gotten from figure 1 which shows the vertical electron beam angle based on BPM readouts over nearly 2 years. After better feedback was implemented in May of 2015, drifts that had often been at the 2-3 µrad level were reduced to  $\sim 0.5 \,\mu rad$ . While such shifts impact many beamline operation issues, the general scale is given by the ~0.4-05 mm beam size at ~44 mm from the center if ID2, where, e.g., a 2 µrad shift gives a very noticeable 90 µm beam shift, while a the 22  $\mu$ m of a 0.5  $\mu$ rad shift is much less noticeable. One should also note that (1) while over short time scales, such as when specific orbit corrections are done, the agreement of beam angles as measured by the electron BPM and x-rays beam slit scans are good, over longer time scales, there can be noticeable (~µrad) relative drift and (2) the stability of the beam angle in ID1 and ID3 is still not as good as for the central ID2. Finally, in the spring of 2016 it was also possible to make a small (~µrad) orbit correction without extremely special arrangements. (work with JASRI machine group)

**Insertion Devices:** The solutions adopted in the spring of 2015, allowing all IDs to be closed to 15.8 keV operation in all modes except single bunch mode (where ID3 can not be completely closed due to disturbance of the electron beam orbit) allowed comfortable operation until the end of July, 2016. However, just after user time ended, an issue with the orbit feedback led to melting of the cover of ID2. This is now being investigated.

**High-Heat Load Mirror: M1.** Several issues had been noted in previous years with the stability of M1, and these became even more noticeable (and easier to diagnose) with the improved electron-beam stability. Specific problems

included unstable mirror curvature (with both ~hour and ~day time constants), and sudden (~µrad) shifts in angle. Toyama, the company was responsible for the bender and chamber design, was asked to help investigate these issues, but they had no useful suggestions. BL staff determined the curvature instability was due to local heating of components by scattered radiation. This was corrected by adding shielding and extending a cooling loop to stabilize the bender shaft temperature. The angle changes were found to be (probably) due to problems with the temperature stabilization of the room-temperature in-vacuum shafts supporting mirror. The control (sensor) points had been set to be too far form the heater, making precise stable control very difficult, moreover, the controllers showed occasional, non-physical, jumps in T-readout. The support shaft T-control system was then replaced and the control points moved closer to the heaters during August of 2016. It is expected this will improve stability significantly. Also, the flange on M1 was replaced as the original design placed an o-ring seal at the point of maximum radiation scattering, which then hardened and failed. (Ishikawa & Baron).

### Backscattering Monochromator: No significant issues.

**Microfocus:** The prism lens / elliptical mirror in the horizontal and elliptical mirror were used to get  $\sim$ 16 um focal spot size, slightly worse than previously. A test of a new type of prism lens did not improve performance. Exploration began for using a multilayer KB pair to achieve a 5 µm spot size. (Baron, Ishikawa, Fukui, Nakajima)

**Medium-Resolution, In-Line Mono.** One crystal was changed, and T-control modified and the new mono was tested extensively with, eventually, ~22 meV resolution and 2.3 THz on the sample achieved with 3 IDs. (Ishikawa, Baron)

**Medium-Resolution Analyzer Crystals:** One analyzer with 27 meV resolution, good uniformity and neartheoretical performance was delivered. There was some issue with SAXS from a window that worsened the tails of the resolution - this has been corrected. We are still working on stabilizing fabrication procedures. (Ishikawa, Baron)

High-Resolution Spectrometer: This operated with good stability over most the year. The motion of the two-theta

arm worsened with time, with some scratches appearing on the granite, and more frequent disagreement between the motor and encoder value (at the ~0.01 deg. level). This is due to drift in the alignment of the granite support blocks as the floor settled under their weight. Similar problems are well known from BL35XU. In fact the drifts at BL35XU were much worse than at BL43LXU, either due to poorer quality of the floor near BL35XU, or due to the added aluminum support structures used at BL43LXU. The BL43LXU granite will be re-aligned and re-polished in August of 2016, and such drifts are expected to reduce with time (as was seen at BL35XU). A setup with a carefullyadjusted post-sample slit was installed and shown to reduce significantly reduce the background from objects near the sample (e.g. the diamonds of a DAC) but limits the number of analyzers.

**Sample Environment:** A 7T magnet for the highresolution spectrometer was delivered by Oxford and tested off line in 2015. The magnet failed during the first experimental attempt, due to a change in the current needed to make the superconducting/normal switch work. This was corrected by Oxford technical support, but not in time to do the experiment (Oxford was un-able to provide useful support by phone or e-mail and required several days before a technician could be sent) (Chuang, Baron)

(Alfred Q.R. Baron,)