

**上海光源BL17U1
“生物大分子晶体学光束线站”**

用户手册

2009.04

注意事项

1. 请您按预先通知的时间准时来做实验，并认真填写《用户登记表》、《实验记录》。
2. 请严格按照规定进出棚屋和操作设备，用户只能操作手册中规定可以操作的设备，未经允许严禁操作其他设备，否则后果自负。
如果确实需要，请联系实验站工作人员。
3. 发生故障，请立即联系实验站工作人员。

线站工作人员联系方式：

姓名	职务	办公室	内线电话
何建华	负责人	1086	3234
唐琳	副负责人	1087	3256
黄胜	工作人员	1087	3256
汪启胜	工作人员	1087	3256
华巍	工作人员	1087	3256
徐春艳	工作人员	1087	3256
陈鸣之	工作人员	1090	3192

一、 人身安全连锁系统操作步骤

在用户开始实验前，必须严格按照操作规程，并执行相关步骤，方能引入同步光到达样品处；否则，将无法进行有效的搜索、开启光闸，实现棚屋的供光。BL17U1生物大分子晶体学光束线站的人身安全连锁系统的操作步骤如下：

1、搜索实验棚屋

按照规定的顺序依次按动实验棚屋内的搜索控制箱上的搜索按钮（图1），从最远离门口的搜索按钮开始，沿棚屋搜索一圈。每按过一个搜索按钮，会发出不同的搜索提示音；确认棚屋内无人后，退出棚屋外，按动门外联锁控制箱上的关门按钮（图2）；当所有的门关闭后，搜索的提示音和闪烁光将自动停止。实验过程中，实验人员进入实验棚屋换样品后，关门之前都需要重新搜索操作，否则是不能再打开光闸SS2的。只有搜索过的实验棚屋，才能打开光闸给棚屋供光。棚屋的搜索过程完成后，必须在规定的时间内（200 秒）内关好门，否则，搜索无效并报警提示。搜索过的棚屋，门被打开后，必须重新开始搜索。

2、打开光闸（SS2）

搜索过程完毕后（实验棚屋门完全关闭，搜索提示音结束），即可按动开闸按钮（见图3），按住3~5秒钟，当开闸指示灯亮即表示光闸已经打开。注意：在关气动门的过程中，若有人经过门口，则关门过程将立即停止，以避免夹伤人，关气动门时，门内外1 米以内的区域（用黄线标示）不允许有人活动，否则，关门过程将自动停止，门返回到门开位置，只有重按关门按钮才能继续关门。



图1 棚屋内搜索面板及按钮



图2 棚屋外控制面板及开门关门按钮



图3 关闸开关按钮

3、关闭光闸

实验完毕后，先按关闸按钮（图3），等关闸指示灯亮以后，按开门按钮（图2），等门打开后，即可进入实验棚屋进行实验操作。

二、 生物大分子实验站实验操作步骤

生物大分子实验站配置一台MX225CCD探测器，并配有MarDTB系统（图4），用于光束位置确定、探测器位置移动及样品对中等等。还配有样品低温冷却装置、荧光探测器等等。在实验大厅内，我们还建立了生化实验室，用户可以使用此实验室进行实验前的一些样品准备等工作。



图4 MX225 CCD探测器及MarDTB系统、样品低温冷却装置、荧光探测器。

1、 样品准备

衍射仪采用MarDTB系统，并配置一个简易自动上样机器人。为适应自动上样机器人，转轴顶端的磁性稍弱，能够很好的与全金属的磁性底座。但对于一些用户习惯使用的螺旋式塑料样品底座，安装样品时会

由于磁性不够强而导致样品安装不稳。因此我们建议用户尽可能使用全金属的磁性底座，以避免由于安装不紧而导致样品脱落。目前与转轴配套的pin长度为18mm（见图5），可以有 $\pm 3\text{mm}$ 的调节范围。若用户的pin长度不是标准的18mm，建议带一个空pin，用于调整转轴Z方向长度，以避免由于长度误差造成样品不在低温氮气冷却范围而导致样品结冰。

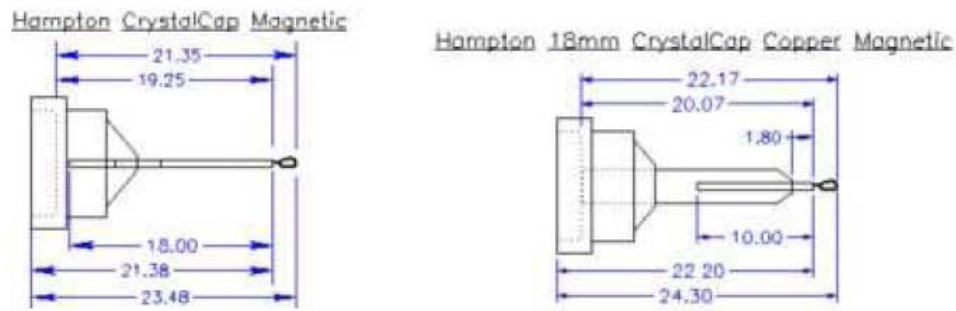


图5 长度合适的pin

2、 样品安装及对中

样品安装时，须将探测器及液氮喷头移开，若是beamstop距离样品太近，也要将beamstop移开，以避免在安装样品过程中碰到上述设备。液氮冷却装置的低温氮气喷嘴也可以通过手动控制面板移开，但是样品安装完成以后必须及时将喷嘴移回原位。已经冷冻好的样品，可以通过简易机器手安装或者由实验者手动安装。实验棚屋内配有一台高性能显微镜，也可以直接在实验棚屋内捞晶体安装。样品安装好以后，可利用衍射仪手动控制面板大致将样品对中，精细的样品对中建议到实验棚屋外控制计算机上进行。

在控制计算机上打开一个终端，输入marccd后回车，即可启动MarCCD控制程序。在程序右上角点击“Crystal Alignment”，看样看见晶体样品的视频。样品对中采用目前通用的点击对中模式

（click-centering）。使用鼠标中键点击晶体，点击“Move Crystal”按钮移动晶体到屏幕中心，即转轴与X光交汇的地方，点“+90”按钮，可以使晶体旋转90度（见图6）。重复以上步骤2~4次，即可将样品移到转轴上。

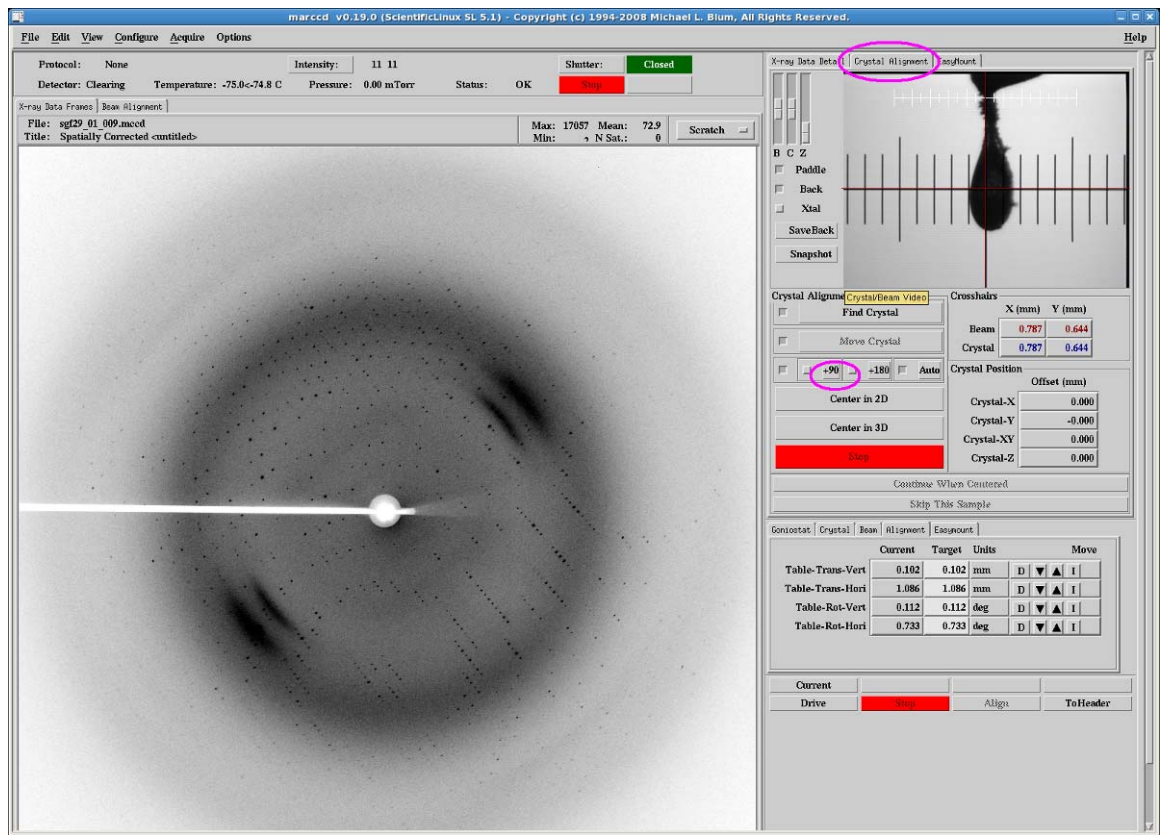


图6 样品对中过程

3、 光束优化

通常情况下，线站工作人员会预先为用户做好光束优化。如用户在实验过程中需要重新优化光束，亦可利用MarCCD控制程序进行光束优。一般在光闸已经打开，束流为100mA，能量为12.6keV，DTB狭缝开口大小为0.1mm×0.1mm时，DTB电离室的读数应该在10000左右。若此时电离室读数与10000相差过大，应进行入射光束方向优化，使入射X光完全通过DTB的准直系统，到达样品处。因为BL17U1自身的光斑大小为0.08mm(H)×0.04mm(V)左右，因此，最终优化光束时应将DTB狭

缝开口大小设为 $0.02\text{mm} \times 0.02\text{mm}$ 来进行，否则优化结果可能不理想。

点击“Beam Alignment”，调整狭缝开口大小，点击“Optimize”，即可进行自动光束优化。由于BL17U光束尺寸很小，需要将狭缝由大到小，从 $0.1\text{mm} \times 0.1\text{mm}$ 、 $0.05\text{mm} \times 0.05\text{mm}$ ， $0.02\text{mm} \times 0.02\text{mm}$ 三步来进行优化。优化完成以后可以根据晶体大小来增大狭缝开口大小。

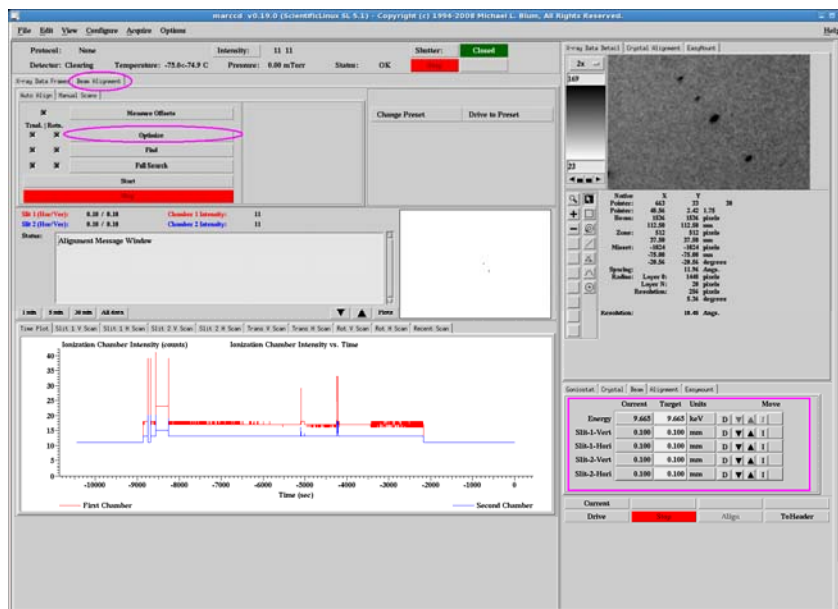


图7 光束优化

4、 探测器及beamstop位置调节

在MarCCD控制界面里点击“Beam”，在“Distance”的Target栏里输入想要移动的距离，然后点击“D”按钮即可移动CCD距离。beamstop位置可同样调节（见图8）。

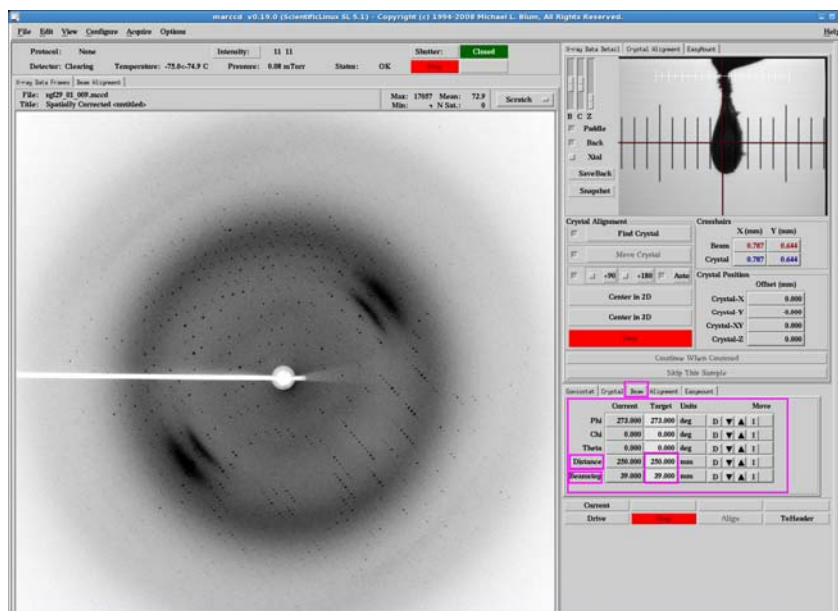


图8 探测器位置及Beamstop位置调节

在实验站的几台电脑的桌面上，都有一个名为“Calculator”的网页（见图9），双击打开此网页，可以计算在一定波长下，不同探测器到样品距离时能够采集到数据的最高分辨率，也可计算在一定波长下，要达到某个分辨率所需要的探测器到样品距离。

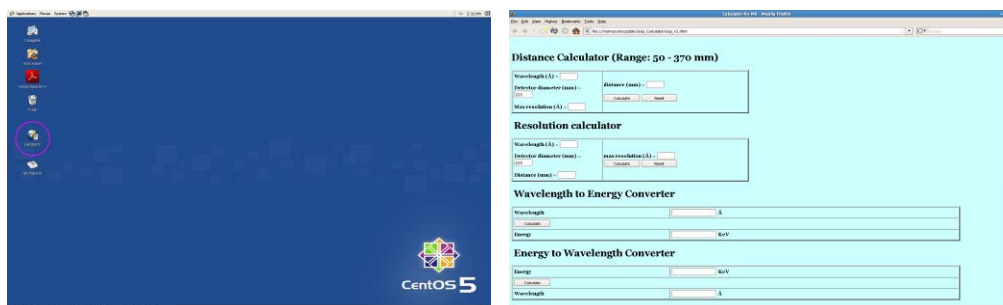


图9 探测器距离、分辨率及波长的换算

5、 能量调节

可通过“calculator”网页计算不同能量对应的波荡器Gap值（见图10），然后打电话到中控室（内线电话2001~2005），请他们调节Gap（试运行期间Gap调节必须经由中控室来进行）。在“Peak Energy”中

输入想要的能量值，点击“Calculate”，即可得到相应的Gap值。等中控室改变完Gap后，在单色器控制界面中调节能量（见图11）。在“Energy”里面输入想要调节点能量值，然后回车即可。

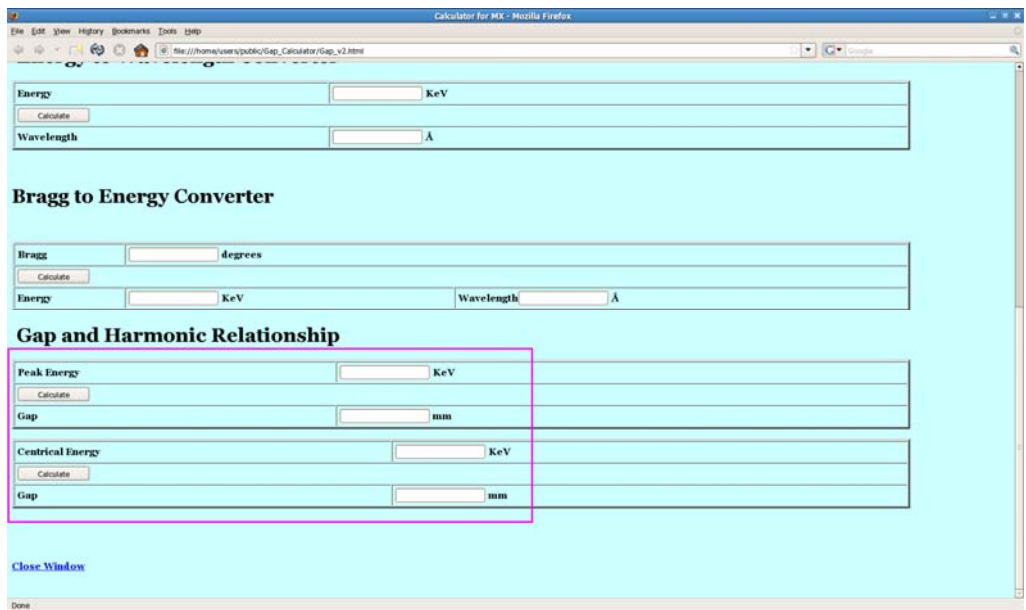


图 10 不同能量下 Gap 值的计算

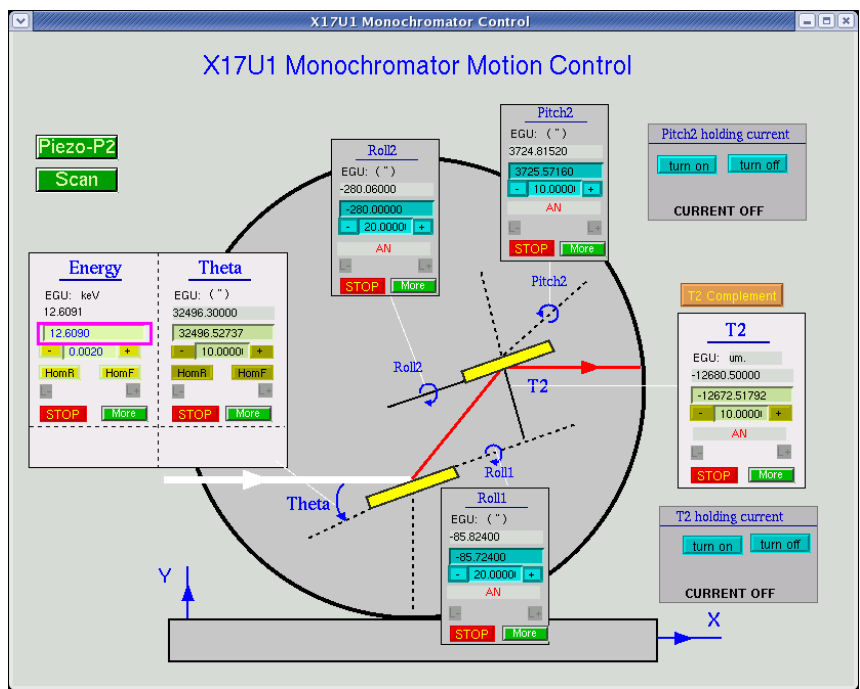


图11 能量调节

6、 数据采集

数据采集开始之前，一般是先采集几幅衍射图，分析判断晶体衍射质量是否值得采集，并确定数据采集的各个参数，然才开始采集数据。采集单幅衍射图有一个专门的界面（见图12）。

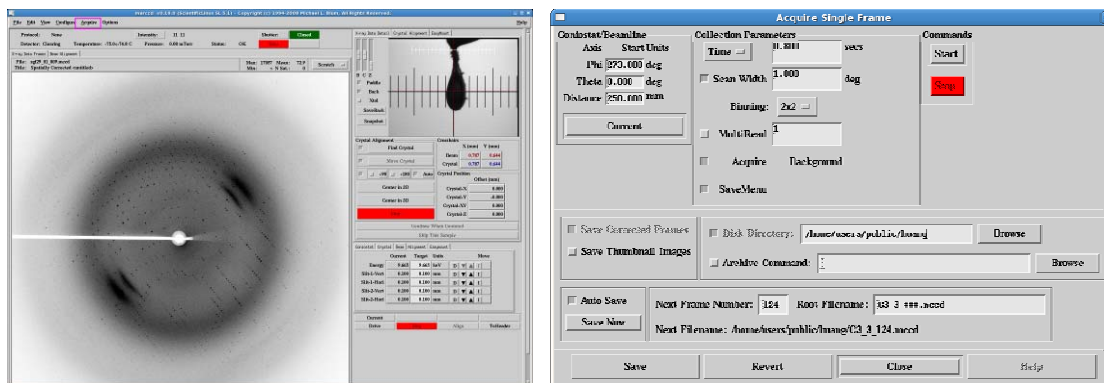


图12 在左图的Acquire下拉菜单内，有“Acquire Single Frame”，用于采集单幅衍射图。

在实验站上MarCCD控制计算机旁边的几台计算机上都安装有HKL2000、mosflm等数据处理软件，用户可以在采集完几幅衍射图后立即进行处理，根据处理结果判断晶体衍射质量并决定数据采集参数。数据采集的界面见图13，用户需要确定以下参数：

Experiment:这个是采集到的数据的根名，其中###表示采集到的衍射数据的编号，%%表示不同的segment。

Disk Directory: 这个是采集到的数据所要保存的目录。目前请将数据都存放到/home/users/public目录下

Width:一幅衍射图旋转的角度

Time: 曝光时间

Frm N: 总的衍射图张数

Phi: 起始Phi角度

Distance: 探测器到样品间距离

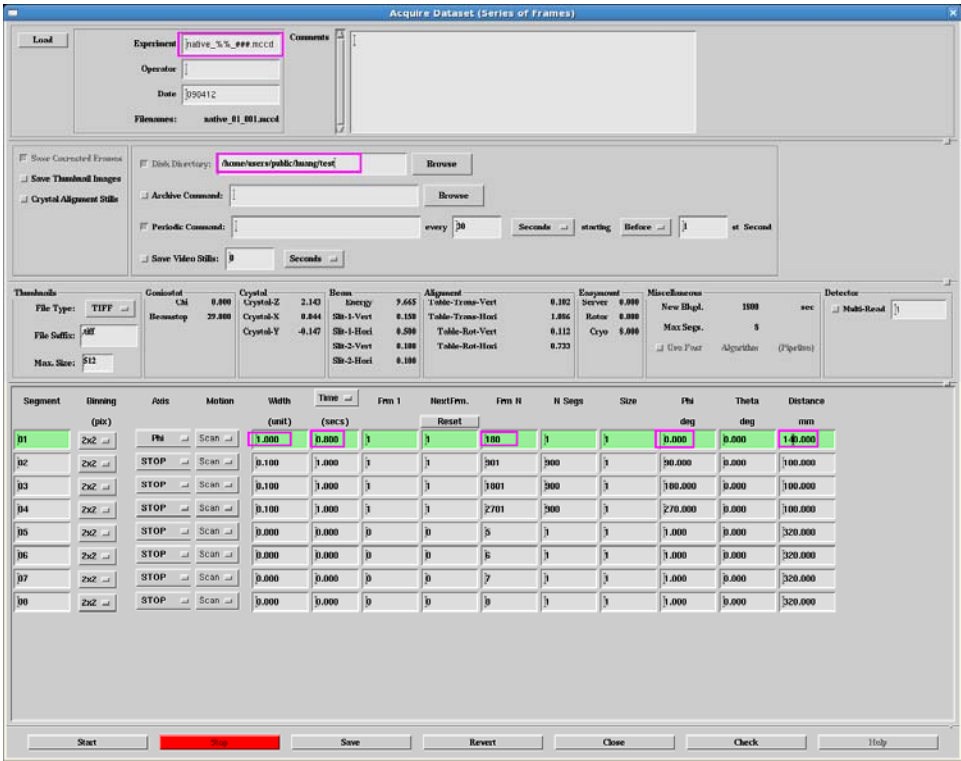


图13 衍射数据采集界面

7、 MAD扫描

MAD 扫描步骤:

- 双击 Marccd 电脑桌面的 FSSCAN DOUBLE CLICK HERE，运行远程登陆到 10.30.51.55。
- 打开 ADMC 软件，并连接 PX4。屏幕右下角出现绿色图标。
- 点击 DPP Setup，Load 配置文件 MX17U-01.cfg。
- 加铝片衰减入射 X 光强度（DTB 电离室读数 30 左右）。

- 在采集荧光谱或进行 MAD 扫描之前，须先将快门打开，扫描结束后应及时将快门关闭，以避免长时间照射造成晶体辐射损伤。
- 在 ADMC 软件中按空格键采集荧光谱，再按一次空格键停止采集，按 a 键清空采集到的荧光谱。通过采集荧光谱，可以判断强度是否合适，标准主要看 Dead Time 是否小于 30%。也可以根据荧光峰判断样品中是否有所要测量的元素。
- 打开 T2 联动或者增大狭缝开口。
- 根据所要扫描元素吸收边理论能量值，在“Calculator”网页中计算相对应的波荡器 Gap 值。在网页中“Central Energy”中输入元素吸收边理论值，点击“Calculate”，即可得到相应的 Gap 值。此时的 Gap 值并不对应波荡器的谐波值，而是处于一个较平缓的能谱分布区域，其强度较弱，但是能量变化时强度变化很小（见图 10）。
- 打开 17Uscan.lvproj，打开其中 17USCAN_Wavelength，在出现的界面中设置保存文件路径及文件名（必须要设定文件名，否则扫描完成后会出错，扫描的结果也无法保存），设置扫描起始波长，扫描点数（约 100 点，扫描范围为理论吸收边值 $\pm 50\text{ev}$ ）。
- 扫描完成以后，在任意电脑，Linux 系统，目录/home/users/public/fsdata 下可发现扫描文件。编辑该文件，添加两行：(1)Title *****; (2)扫描点数。保存。
- 运行 chooch 计算 peak 及 infl 的能量值，例如 chooch -e Se -a K -p name.ps fscan.dat，就可以得到结果：peak, infl 能量。
- 将 chooch 计算得到的 peak 能量值输入“Calcultor”网页的“Peak Energy”处，点击“Calculate”，可得到相应的 Gap（见图 10）。
- 移开荧光探测器。

8、 数据备份

采集完的数据建议使用移动硬盘来进行备份。一般可以在实验结束前一个小时开始备份数据。目前的Linux系统可以自动mount上fat32格式的移动硬盘。如果使用ntfs格式的移动硬盘，可以使用`mount -t ntfs-3g /dev/***/mnt/usb` 命令手动mount。可向束线值班人员了咨询。

9、 实验完毕后的一些注意事项

实验完成后，用户必须将自己实验过程中使用的物品收拾好，以方便下一位实验者进行实验。同时为了便于光束线工作人员统计光束线运行情况，了解用户使用状况，我们希望用户能够把自己实验得到的结果过一个简单的总结，比如采集了几套数据，预计的可用套数等等。同时将自己对光束线的意见记录下来，便于我们改进。