

объединенный  
институт  
ядерных  
исследований  
дубна

5889 / 2-80

8/12-80  
18-80-569

Ю.С.Анисимов, Ю.В.Заневский, А.Б.Иванов,  
С.А.Мовчан, В.Д.Пешехонов, С.П.Черненко,  
Я.Шкваржил, Л.Ф.Малахова,  
А.Н.Попов, Д.М.Хейкер

АВТОМАТИЧЕСКАЯ  
БЫСТРОДЕЙСТВУЮЩАЯ УСТАНОВКА АРД-1  
С ВЫСОКИМ РАЗРЕШЕНИЕМ  
ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОЙ  
ДИФРАКЦИОННОЙ КАРТИНЫ

Направлено в журнал "Кристаллография"

1980

## ВВЕДЕНИЕ

Замена фотографической регистрации рентгеновской дифракционной картины на регистрацию с помощью счетчиков фотонов привела к повышению чувствительности, точности и скорости структурного эксперимента. Исключение фотографического процесса привело к полной автоматизации эксперимента и к использованию обратной связи для его оптимизации. Однако в ряде случаев: при регистрации дифракционной картины от монокристаллов белков и нуклеиновых кислот с большими периодами решетки, при исследовании диффузного фона, фазовых превращений в монокристаллах и в некоторых других случаях необходима параллельная регистрация дифракционной картины во многих точках  $1'$ . В этих случаях в дифракционных приборах должен использоваться электронный аналог двумерной рентгеновской пленки. Степень ускорения съемки в дифрактометре с координатным детектором определяется эффективностью регистрации, числом элементов пространственного разрешения и быстродействием. Число элементов пространственного разрешения должно обеспечить одновременную регистрацию пучков в большом телесном угле при угловом разрешении, достаточном для раздельной регистрации соседних дифрагированных лучей. Быстродействие детектора ограничивает интенсивность первичного пучка.

Применение Ксуонгом и его сотрудниками  $2,3'$  плоской пропорциональной камеры /ПК/ с числом элементов пространственного разрешения  $128 \times 128$  и мертвым временем  $3,5$  мкс в рентгеновском координатном дифрактометре для исследования белков привело к десятикратному ускорению эксперимента по сравнению с обычным дифрактометром. В Новосибирском институте ядерной физики создан позиционно-чувствительный детектор рентгеновского излучения на основе плоской пропорциональной камеры с дискретной системой съема информации с числом элементов разрешения  $128 \times 128$  и мертвым временем  $0,7$  мкс  $4'$ . В работе  $5'$  описывается разрабатываемая система регистрации дифракционной картины на основе пропорциональной камеры со сферическим дрейфовым промежутком с угловым разрешением  $0,2^\circ \times 0,2^\circ$  и телесным углом регистрации  $90^\circ \times 90^\circ$ , что соответствует числу элементов  $450 \times 450$ .

В лаборатории высоких энергий ОИЯИ при участии Института кристаллографии АН СССР завершены работы по созданию установ-

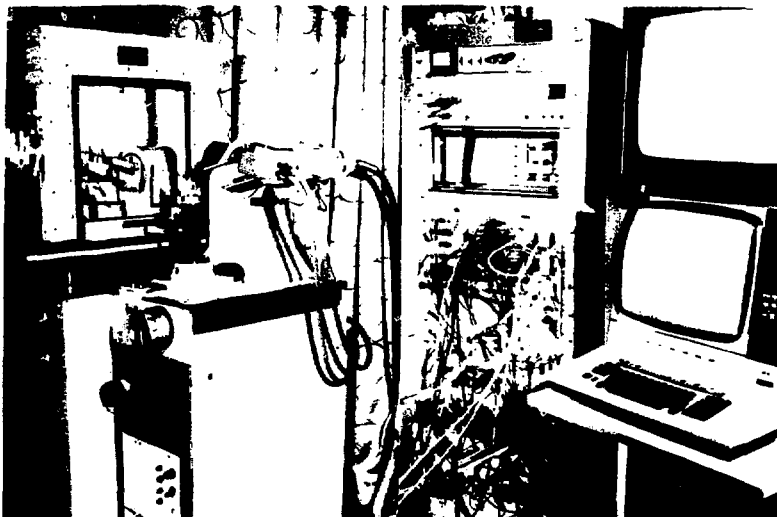


Рис.1. Общий вид установки АРД-1.

ки <sup>/6/</sup> для регистрации рентгеновской дифракционной картины с числом элементов разрешения  $250 \times 200$  и мертвым временем около  $0,6$  мкс. В установке использована пропорциональная камера с плоским дрейфовым промежутком и двумя линиями задержки /ЛЗ/. Можно ожидать, что использование этой установки позволит ускорить съемку на два порядка по сравнению с обычным дифрактометром. Применение линий задержки делает установку достаточно простой и надежной в эксплуатации.

## 2. ПОСТРОЕНИЕ АРД-1.

На рис.1 показан общий вид установки АРД-1, в состав которой входят:

- двухкоординатная многопроволочная пропорциональная камера с устройством газового обеспечения и высоковольтным питанием;
- электронная регистрирующая аппаратура;
- аппаратура сопряжения с ЭВМ по программному и инкрементному каналам;
- система визуализации дифракционной картины на ТВ - мониторе.

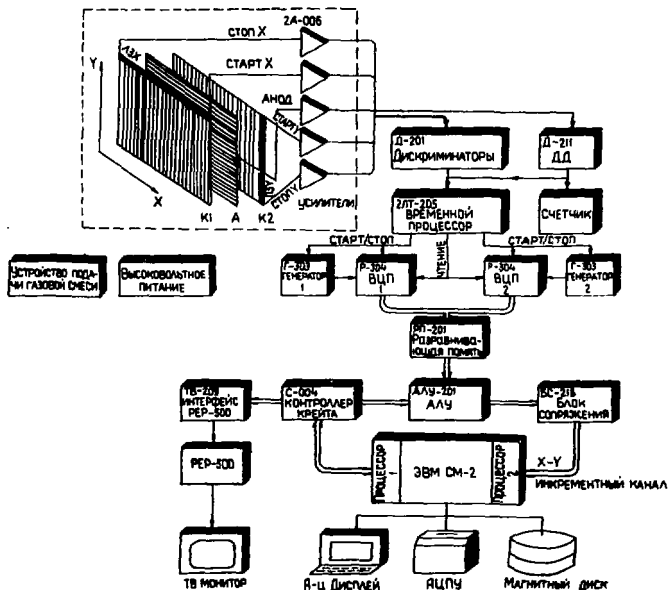


Рис.2. Блок-схема установки. К1 - первая, К2 - вторая катодные плоскости; А - анодная плоскость; ДД - дифференциальный дискриминатор; ВЦП - времяцифровой преобразователь; АЛУ - арифметическо-логическое устройство; АЦПУ - алфавитно-цифровое печатающее устройство.

Установка АРД-1 работает на линии с ЭВМ СМ-2, в ОЗУ которой по инкрементному каналу передается информация о дифракционной картине. По программному каналу осуществляется общее управление системой и вывод данных на ТВ-монитор.

Блок-схема установки приведена на рис.2.

### 2.1. Многопроволочная пропорциональная камера

Детектором мягкого рентгеновского излучения является плоская пропорциональная камера с двумя дрейфовыми промежутками<sup>17/</sup>. Детектор имеет чувствительную площадь  $350 \times 350 \text{ мм}^2$  при эффективной толщине 10 мм. Входное окно выполнено из алюминизиро-

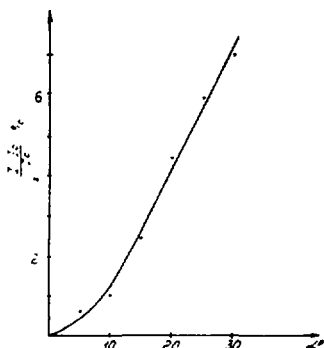


Рис. 3. Изменение скорости счета ПК в зависимости от угла входа пучка.

1,5 нс/мм. Относительно большие поперечные размеры ПК по сравнению с их шириной позволяют регистрировать косые лучи с достаточно хорошим разрешением. Пропорциональная камера продувается газовой смесью  $\text{Xe} + 20\% \text{CH}_4 + 3\% \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  со скоростью  $2 \div 4 \text{ см}^3 / \text{мин}$ .

## 2.2. Электронная регистрирующая аппаратура

Электронная аппаратура, за исключением установленных непосредственно на ПК усилителей, выполнена в стандарте КАМАК. С ее помощью производится съем, отбор, кодирование и обработка координатной информации с ПК. Координаты X и Y точки конверсии фотона заключены в величинах временных интервалов между сигналами, поступающими с разных концов соответствующих ЛЗ. Сигналы с анода и катодных ЛЗ поступают на линейные малошумящие усилители и далее - на дискриминаторы-формирователи, передний фронт сигнала с которых "привязан" к вершине входного. Собственное временное разрешение электроники съема и дискриминации - 2,4 нс. Анодный сигнал подается параллельно на дифференциальный дискриминатор, позволяющий выделять излучение в диапазоне энергий  $8 \pm 3 \text{ кэВ}$ . После прохождения дискриминаторов-формирователей сигналы поступают в быстрый временной процессор. Здесь производится анализ числа сигналов за время  $\approx T_{\text{ЛЗ}}$ . На дальнейшую обработку пропускаются только те события, в которых было зарегистрировано по одному и только одному событию в каждом из 5 сигнальных трактов. Съем инфор-

ванного майлара толщиной 50 мкм. Анодная плоскость намотана проволокой из золоченого вольфрама  $\varnothing 20 \text{ мкм}$  с шагом 2 мм. Проволоки анодной плоскости объединены общей шиной, с которой снимается анодный сигнал. Катодные плоскости состоят из проволоки из бериллиевой бронзы  $\varnothing 50 \text{ мкм}$  и расположены на расстоянии 4 мм от анодной. Соседние катодные проволоки объединены в группы по четыре; от каждой группы отведена контактная шина к электромагнитной линии задержки, с которой снимается соответствующая координатная информация. Погонная задержка ЛЗ составляет величину около

мации с двух концов ЛЗ, дающий наилучшее пространственное разрешение, приводит к увеличению времени кодирования в два раза. Для сохранения мертвого времени кодирующего устройства, равного времени памяти детектора  $/T_{ЛЗ} /$ , в быстром временном процессоре выполнена коммутация сигналов с ЛЗ на два время-цифровых преобразователя /ВЦП/. ВЦП работают по принципу хронотрона при основной тактирующей частоте 125 мГц и шаге квантования 4 нс. Число двоичных разрядов ВЦП - 8. Кодирующая частота, сфазированная со стартовым сигналом, вырабатывается стабилизированным генератором тактовой частоты. Из ВЦП координаты X, Y события передаются в разравнивающую память. Емкость разравнивающей памяти /16 слов/ и быстродействие /0,2 мкс/ обеспечивают отсутствие потери информации из-за мертвого времени инкрементного канала  $T_{и.к.} = 4$  мкс. Перед передачей в инкрементный канал координатная информация подвергается цифровой обработке в арифметическо-логическом устройстве, имеющем время выполнения одной инструкции 0,2 мкс. Устройство позволяет, в частности, передавать информацию в ЭВМ с определенной зоны ПК в заданный буфер ОЗУ. Программа обработки задается из ЭВМ перед началом работы. Одновременно с набором дифракционной картины производится счет интегральной интенсивности в счетчике емкостью  $10^8$ .

### 2.3. Аппаратура сопряжения с ЭВМ по инкрементному и программному каналам

АРД-1 ведет обмен данными с ЭВМ СМ-2 по двум каналам: программному и инкрементному. По инкрементному каналу производится набор в ОЗУ ЭВМ информации о рентгеновской дифракционной картине. Синхронизация работы инкрементного канала и электронной системы производится в блоке сопряжения; передача данных ведется по асинхронному принципу. По программному каналу, выполненному при помощи контроллера крейта КАМАК и двух дуплексных регистров, осуществляется общее управление электронной аппаратурой, а также вывод информации на ТВ-монитор.

### 2.4. Система визуализации

Трехмерная дифракционная картина представляется на ТВ-мониторе при помощи промежуточного запоминающего устройства РЕР-500 /В/. Передача данных в РЕР-500 производится через интерфейсный блок после окончания цикла измерения. Аппаратура обеспечивает получение изображения  $256 \times 256$  точек и 8 градаций по яркости.

Установка работает на линии с двухпроцессорным вычислительным комплексом СМ-2. В одном из двух процессоров реализо-

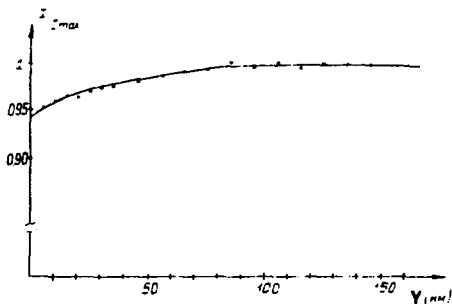


Рис. 4. Изменение скорости счета ПК при перемещении пучка рентгеновского излучения от края до центра камеры.

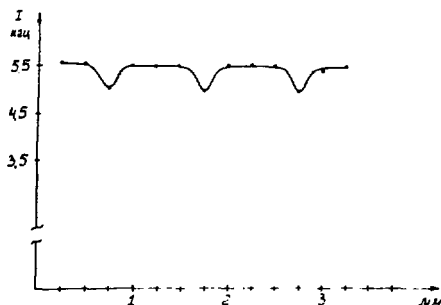


Рис. 5. Зависимость изменения  $\epsilon$  от положения тонкого рентгеновского пучка относительно проволок первой катодной плоскости K1.

лась путем сравнения с эффективностью сцинтилляционного счетчика БДС-6 с бериллиевым входным окном 0,2 мм. При нормальном падении лучей эффективность ПК составляет 70%, что совпадает с расчетной величиной поглощения в 10 мм газовой смеси  $\text{Xe} + 20\% \text{CH}_4$  с учетом поглощения в алюминизированном майларе окна. При отклонении пучка от нормали поглощение увеличивается и, например, при отклонении на 20% составляет 73% /рис.3/. Изменение  $\epsilon$  от одной точки детектора к другой

ментный канал с быстродействием 250000 операций инкрементации в секунду. Оба процессора имеют общее поле ОЗУ до 128 К 16-разрядных слов. Информация о рентгеновской дифракционной картине передается в буфер ОЗУ объемом 64 К слов. В состав комплекса входят: внешняя память на магнитных дисках, алфавитно-цифровой дисплей, АЦПУ. Программное обеспечение для контроля и автоматического набора информации создано на базе дисковой операционной системы реального времени.

### 3. ХАРАКТЕРИСТИКИ УСТАНОВКИ АРД-1

Ниже приводятся характеристики установки.

Эффективность регистрации рентгеновского излучения  $\text{CuK}_\alpha(\epsilon)$  определя-

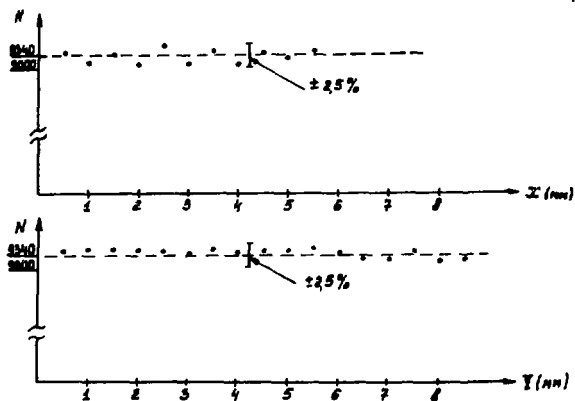


Рис.6. Изменение суммарной скорости счета в  $3 \times 3$  каналах памяти ЭВМ при перемещении нормально падающего пучка рентгеновского излучения  $a$  вдоль оси X, б/ вдоль оси Y. Размер канала  $1,3 \times 1,3$  мм<sup>2</sup>.

определяется поглощением в проволоках передней катодной плоскости, выпуклостью входного окна, разбросом ширины каналов. На рис. 4 и 5 показано изменение эффективности регистрации пучка с поперечным сечением  $0,15$  мм при его перемещении в направлениях X и Y. Из этих кривых следует, что прогиб майлара приводит при измерении интенсивности к ошибкам, меньшим  $+2,5\%$ . Для дифрагированных пучков с шириной, большей  $0,5$  мм, можно пренебречь поглощением в катодных нитях, т.к. оно будет меньше  $2,5\%$ . Из рис.6 следует, что при интегрировании интенсивности по области  $3 \times 3$  канала, неоднородность ширины каналов приводит к ошибке в измерении интенсивности, меньшей  $+2,0\%$ .

Пространственное разрешение определялось по кривым разрешения, полученным при смещении пучка сечением  $0,15$  мм по направлению X и Y с шагом  $0,2$  мм и измерении интенсивности в одном канале. На рис.7 и 8 показаны кривые разрешения в направлениях вдоль анодных нитей /ось X/ и в поперечной намотке анодных нитей /ось Y/. Разрешение по X координате /ширина кривой разрешения на половине высоты ШПВ/ равно  $1,4$  мм. ШПВ по Y-координате меняется от  $0,9$  до  $1,6$  мм. Форма и ширина кривых разрешения в последнем случае зависит от взаимного положения канала и ближайших анодных нитей. При отклонении лучей от нормали к плоскости ПК пространственное разрешение



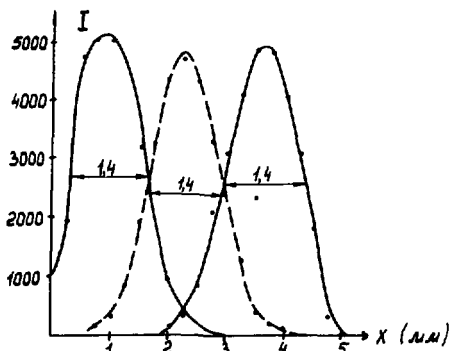


Рис. 7. Зависимости, характеризующие величину пространственного разрешения установки по X-координате. Нормально падающий пучок рентгеновского излучения  $\phi$  0,15 мм перемещается с шагом 0,25 мм.

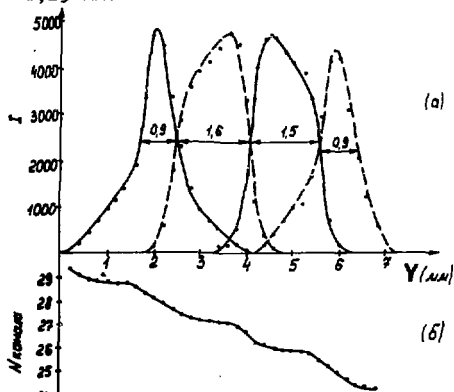


Рис. 8. а/ Зависимости, характеризующие пространственное разрешение установки, по Y координате. Шаг перемещения нормально падающего пучка рентгеновского излучения  $\phi$  0,15 мм равен 0,2 мм.

б/ Положение центра пучка в единицах канала памяти ЭВМ /1,33 мм/ при перемещении пучка по оси Y.

в направлении отклонения ухудшается, и при угле отклонения  $20^\circ$  ШПВ кривых разрешения увеличивается до 2,7 мм /рис.9/.

Отклонение от линейности при определении координат связано с краевыми эффектами в ПК, дискретизацией, обусловленной шагом намотки анодных нитей, и дискретизацией при кодировании временных интервалов. На рис.8/б/, 9/б/ и 10 показаны изменение положения центра пучка в измеренной интенсивности узкого пучка фотонов  $\phi$  0,15 мм в зависимости от действительного смещения пучка. Отклонение от аппроксимирующей прямой вследствие краевых эффектов не превышает величины одного канала, отклонение от прямой, связанное с дискретизацией, не превышает  $\pm 0,25$  мм /рис.8б/.

Амплитудное разрешение, полученное с помощью амплитудного анализатора при плотности пучка  $\text{Cu K}\alpha$  до 2000 фотонов  $\frac{\text{мм}^2 \cdot \text{с}}$ , составляет 30%.

Собственный фон камеры измерялся за 40 мин. Была получена карта распределения собственного фона по

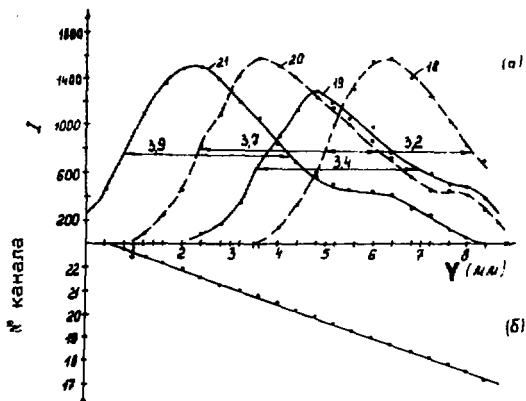


Рис.9. а/ Пространственное разрешение установки по оси  $Y$  при отклонении рентгеновского пучка на  $20^\circ$  от нормали плоскости камеры. б/ Положение центра пучка в единицах канала памяти ЭВМ /1,3 мм/ при перемещении пучка по оси  $Y$ .

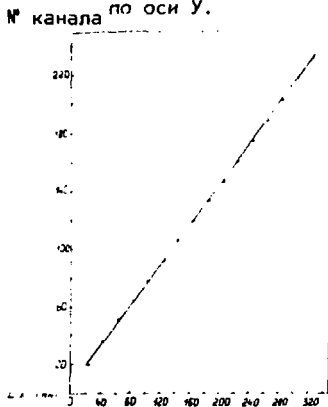


Рис.10. Положение центра нормально падающего рентгеновского пучка в зависимости от его действительного смещения вдоль оси  $Y$ .

всей площади ПК. Средний уровень собственного фона составил  $0,02 \frac{\text{имп}}{\text{мм}^2 \cdot \text{мин}}$ . Максимальное значение фона в группе  $4 \times 4$  канала  $/5,3 \times 5,3 \text{ мм}^2 /$  не превышало  $14 \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$ . При повторных измерениях распределение шумов воспроизводилось.

Кратковременная и длительная нестабильности эффективности детектора при измерении излучения радионуклида  $^{55}\text{Fe}$  в течение трех суток не превышали статистической ошибки счета, равной  $0,3\%$ .

Временное разрешение системы, определяемое в основном памятью ПК, равной  $T_{\text{ДЗ}}$ , составляет

0,6 мкс. Мертвое время установки, измеренное для загрузок, меньших  $2,5 \cdot 10^5$ , методом одной фольги<sup>9</sup>, равно временному разрешению. Максимальная скорость счета при накоплении дифракционной картины определяется быстродействием инкрементного канала и равна  $2,5 \cdot 10^5$  событий в секунду.

Основные параметры установки АД-1 приведены в таблице.

Таблица

К.	Параметр	Значение	
		х	у
1.	Используемая чувствительная площадь	- 346 мм	320 мм
2.	Эффективность регистрации рентгеновского излучения с энергией 8 кэВ.	-	70%
3.	Пространственное разрешение	- 1,4 мм	1,6 мм
4.	Временное разрешение	-	0,6 мкс
5.	Предельная скорость набора данных	-	$250000 \frac{1}{с}$
6.	Число элементов разрешения дифракционной картины	-	50000
7.	Емкость устройства, запоминающего дифракционную картину	-	64 К 16-разрядных слов
8.	Амплитудное разрешение для энергии фотонов 8 кэВ	-	30%
9.	Среднее значение собственного фона камеры	-	$0,02 \frac{\text{имп}}{\text{мм}^2 \cdot \text{мин}}$
10.	Дифференциальная дискриминация	-	$8 \pm 3$ кэВ
11.	Расход газовой смеси	-	5 л/сутки

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установка АРД-1 должна обеспечить возможность проведения дифракционных экспериментов на кристаллах, включая кристаллы белков с периодами решетки до  $200 \div 300$  А. Большое число элементов пространственного разрешения, высокая эффективность регистрации излучения и быстроедействие позволят ускорить проведение дифракционных экспериментов на два порядка.

Авторы благодарят члена-корреспондента АН СССР А.М.Балдина и доктора физико-математических наук В.И.Симонова за постоянный интерес и содействие работе.

Авторы выражают признательность М.Е.Андриановой, Р.М.Базловой, В.А.Белякову, Н.П.Волкову, М.Н.Михайловой, А.Е.Московскому, С.А.Рожнятовской, Ю.Г.Федулову за помощь в работе, а также Ю.А.Стрижаку за участие в разработке инкрементного канала ЭВМ СМ-2.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Arndt U. Acta Cryst., 1968, B24, p.1355.
2. Cork C. et al. Acta Cryst., 1975, A31, p.702.
3. Nguen huu Xuong et al. Acta Cryst., 1978, A34, p.289.
4. Бару С.Е. и др. Препринт ИЯФ, Новосибирск, 1977, 77-79.  
Бару С.Е. и др. Кристаллография, 1980, 25, с.371-379.
5. Bolon C. et al. IEEE Trans.Nucl.Sci., 1979, NS-26, p.146-149.
6. Заневский Ю.В. и др. Труды III Международного совещания по пропорциональным и дрейфовым камерам. ОИЯИ, Д13-11807, Дубна, 1978, с.249-253.
7. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, P14-80-264, Дубна, 1980.
8. PEP-500, Lithocon Solid State Image Memory/Scan Converter. Princeton Electronic Products Inc., 1976.
9. Bragg R.H. Rev.Scient.Instr., 1957, 28, p.839.