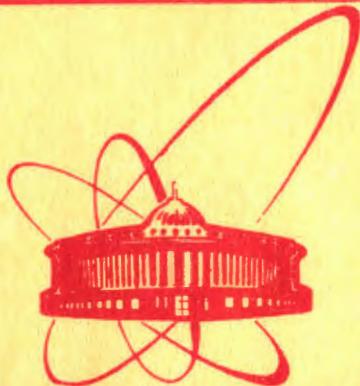


A-674



объединенный
институт
ядерных
исследований
дубна

6438/2-81

28/411-81
18-81-426

Ю.С.Анисимов, Ю.В.Заневский, А.Б.Иванов,
С.А.Мовчан, В.Д.Пешехонов, С.П.Черненко,
М.Е.Андрianова, А.Н.Попов, В.И.Симонов,
Д.М.Хейкер

КООРДИНАТНЫЙ
РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКТОМЕТР
НА ОСНОВЕ ДВУХКООРДИНАТНОЙ
ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ
И ДВУКРУЖНОГО ГОНИОМЕТРА

Направлено в "Journal of Applied
Crystallography"

1981

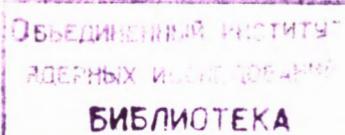
1. ВВЕДЕНИЕ

Параллельное измерение интенсивности одновременно возникающих дифрагированных лучей от монокристаллов с большими периодами решетки приводит к ускорению эксперимента более чем на порядок при таком же уменьшении дозы облучения образца /1,2/. Это позволяет исследовать нестабильные объекты, уменьшить число необходимых для исследования образцов и их величину, исследовать кристаллы при меньшей степени радиационного повреждения и тем самым дополнительно ускорить эксперимент и повысить его точность. Здесь следует отметить, что повышение интенсивности первичного пучка или расширение спектрального интервала /в энергодисперсионных дифрактометрах/ ускоряет съемку, но не уменьшает дозы. Параллельное измерение многих отражений от кристаллов с большими периодами требует высокого углового разрешения и достаточно большого телесного угла, в котором регистрируется дифракционная картина, то есть эффект ускорения эксперимента будет определяться числом элементов пространственного разрешения детектора.

В настоящее время исследуются возможности четырех типов координатных дифрактометров для монокристаллов: 1/ с плоской многонитевой пропорциональной камерой МПК /128x128 элементов/ /3,4/; 2/ с цилиндрическим мозаичным детектором /128x4 элементов/ /5/; 3/ с МПК со сферическим дрейфовым промежутком /240x480 элементов/ /6/; 4/ со сцинтилляционным детектором телевизионного типа /300x300 элементов/ /7/. Для дифрактометров первого и второго типов работы вышли из стадии методической разработки; при использовании соответствующих приборов получены полные наборы для многих белковых монокристаллов с высоким разрешением, достигнуто ускорение эксперимента в 10-30 раз /8,9/. Дифрактометры второго и третьего типов имеют фиксированное угловое разрешение.

Пределные величины периодов решетки для CuK_α равны 92 \AA^0 по X и Y, 190 \AA по Z, $d_{\min} = 2 \text{ \AA}$ /для второго типа/, 153 \AA по X и Y, 77 \AA по Z, $d_{\min} = 2,2 \text{ \AA}$ /для третьего типа/. Дифрактометры со сцинтилляционным детектором имеют некоторые недостатки аналоговых систем /7/.

Важнейшее преимущество координатных дифрактометров с плоской пропорциональной камерой - ее гибкость: возможность увеличения углового разрешения Δ при сокращении разрешения съемки



$\frac{1}{d_{\min}} = \frac{2 \sin \theta_{\max}}{\lambda}$ и увеличения разрешения съемки при ухудшении углового разрешения соответственно при увеличении и уменьшении расстояния R от образца до детектора. Основной недостаток - ухудшение углового разрешения при косом падении дифрагированных пучков. При расположении камеры таким образом, чтобы ее центральная часть касалась сферы Эвальда, угловое расширение отражения на краях камеры, где угол падения $\alpha = \theta_{\max}$, составит

$$\Delta_\alpha = \frac{t \operatorname{tg} \alpha \cos^2 \alpha}{R} = \frac{t}{2L} \left(\frac{\lambda}{d_{\min}} \right), \quad /1/$$

здесь t - эффективная толщина камеры; L - размеры камеры; λ - длина волны рентгеновского излучения. Уменьшить эффект косого падения путем увеличения давления в камере и, как следствие, уменьшить t практически невозможно из-за большой площади окна; уменьшить λ нельзя вследствие падения эффективности, уменьшить разрешение съемки $\frac{1}{d_{\min}}$ невыгодно. Остается путь увеличения размеров камеры.

Рассматриваемый в данной работе координатный дифрактометр КАРД-3 с отпаянной рентгеновской трубкой создан на базе плоской МПК размером $350 \times 350 \times 10 \text{ mm}^3$ /10/.

2. УСТРОЙСТВО ДИФРАКТОМЕТРА

Блок-схема дифрактометра КАРД-3 показана на рис.1. В состав дифрактометра входят автоматический рентгеновский детектор АРД-1, гониометрическое устройство от координатного дифрактометра КАРД-1/5/, высоковольтный стабилизированный источник питания рентгеновской трубки ВИП-50-60, управляющая ЭВМ СМ-2.

Основой дифрактометра КАРД-3 является многоканальный автоматический рентгеновский детектор АРД-1/11/, состоящий из:

- плоской двухкоординатной многопроволочной пропорциональной камеры /со съемом информации с линий задержки/ размером $350 \times 350 \times 10 \text{ mm}^3$ с системой газового обеспечения и высоковольтного питания;

- электронной аппаратуры регистрации и обработки данных с МПК, устройств сопряжения с ЭВМ СМ-2 по программному и инкрементному каналам и системы представления данных на ТВ-мониторе.

Дифракционная картина накапливается в буфере ОЗУ ЭВМ емкостью $256 \times 256 = 65 \text{ K}$ 16-разрядных слов. АРД-1 имеет следующие основные параметры: число элементов пространственного разрешения 250×200 , эффективность регистрации излучения $\text{CuK}_\alpha \sim 70\%$, временное разрешение $\sim 0,5 \text{ мкс}$.

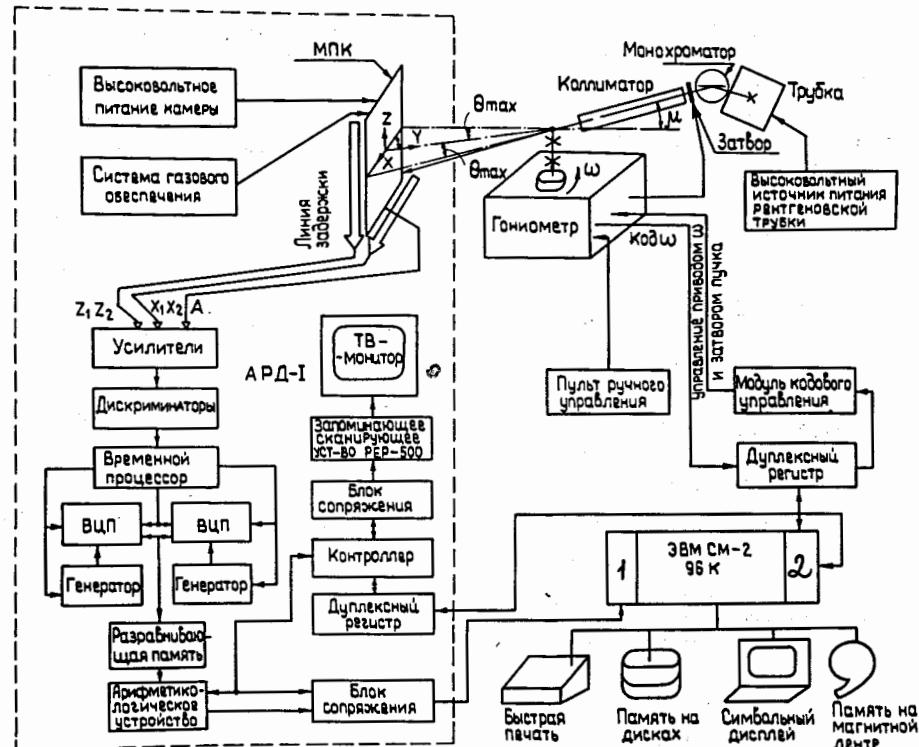


Рис.1. Блок-схема координатного дифрактометра. Пунктиром выделен автоматический рентгеновский детектор АРД-1.

Программируемое арифметико-логическое устройство /АЛУ/ позволяет выбрать как зону в МПК, так и поле в памяти ЭВМ, установить величину дискретизации запоминаемой дифракционной картины / 256×256 , 128×128 и т.д./ заданием соответствующего коэффициента "сжатия". Дифракционная картина, накопленная в памяти ЭВМ, может быть показана на ТВ-мониторе с указанной выше дискретностью, с 8 градациями яркости. Согласование быстродействия ЭВМ и стандартного телевизора производится с помощью запоминающего сканирующего устройства РЕР-500/12/. Пропорциональная камера устанавливается таким образом, чтобы ее плоскость была параллельна оси вращения кристалла ω^* и составляла угол $90^\circ - \theta_{\max}$ с первичным пучком при $\mu = 0$. При $\mu = 0$ первый пучок попадает на правый край камеры в средний по высоте элемент. Нормаль Y, восстановленная из центра камеры, лежит в эквала-

* ω , u , μ , v - стандартные обозначения углов для наклонной геометрии съемки.

ториальной плоскости гониометра, пересекает центр гониометра и составляет с первичным пучком при $\mu = 0$ угол γ_0 , равный θ_{\max} . Камера имеет юстировочные смещения по двум направлениям в плоскости X и Z и юстировочные повороты вокруг оси X и нормали. Координаты X и Z в камере следующим образом связаны с углами ν и ω :

$$X = R \operatorname{tg}(\nu - \gamma_0) + X_0, \quad /2/$$

$$Z = R \frac{\operatorname{tg} \nu}{\cos(\nu - \gamma_0)} + Z_0.$$

В свою очередь ν , γ , ω определяются индексами hkl и матрицей ориентации UB:

$$\nu = \arcsin(\lambda Z + \sin \mu),$$

$$\gamma = \arccos \frac{\cos^2 \nu + \cos^2 \mu - \lambda^2 (X^2 + Y^2)}{2 \cos \nu \cos \mu},$$

$$\omega = \arcsin \frac{\lambda^2 (X^2 + Y^2) + \cos^2 \mu - \cos^2 \nu}{2 \lambda \sqrt{X^2 + Y^2} \cos \mu} + \arctg \frac{Y}{X}, \quad /3/$$

$$\begin{pmatrix} X \\ Y \\ Z \end{pmatrix} = UB \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}.$$

Камера устанавливается на расстояниях 300, 500 и 750 мм от образца. При наклоне первичного пучка на углы $\mu = \pm \theta_{\max}$ и вращении кристалла вокруг оси ω на 360° может быть снята верхняя или нижняя полусфера ограничения с $2\theta_{\max}$, равным 58° , 38° и 25° . Тангенс угла падения будет пропорционален расстоянию рефлекса от центра камеры. Наклон первичного пучка на угол μ производится с точностью $\pm 0,02^\circ$.

Управляющая ЭВМ имеет два независимых процессора, оперативную память 96К 16-разрядных слов, память на двух магнитных дисках /2 диска по 3 Мбайта каждый/, устройства ввода-вывода /символьный дисплей, быструю печать, устройство считывания с перфоленты и перфоратор/, память на магнитной ленте. ЭВМ сопряжена с аппаратурой несколькими каналами: поток информации с МПК поступает в режиме инкрементации в оперативное запоминающее устройство /в буфер 256x256 слов/ через согласующий блок и процессор 1; управление электронной регистрирующей аппаратурой и телевизионным монитором производится процессором 2 через дуплексный регистр и контроллер крейта КАМАК, таким же образом

передается в ТВ-монитор дифракционная картина накопления в памяти ЭВМ; управление гониометром осуществляется также процессором 2 через модуль кодового управления, а величина углового кода ω поступает в ЭВМ через дуплексный регистр и процессор 2. В быстрой памяти /с циклом 300 нс/ процессора 1 сформирована специальная инкрементная команда, посредством которой за время ~ 4 мкс в ячейку памяти с адресом X·Z, соответствующим координатам зарегистрированного события, добавляется единица. Синхронизация работы процессора 1 в инкрементном режиме и электронной аппаратуры МПК производится в блоке сопряжения, передача данных ведется по асинхронному принципу. Таким образом, предельная скорость счета в МПК составляет 250000 импульсов в секунду. Использование быстрой разравнивающей памяти большой емкости /16 событий/ позволяет иметь величину потерь счета при максимальной скорости счета ~25%. Потери счета определяются в основном разрешающим временем МПК.

Сигналы, поступающие из ЭВМ в гониометр, включают и выключают затвор первичного пучка, включают и выключают шаговый двигатель привода, реверсируют вращение кристалла и изменяют скорость вращения. Из гониометра в ЭВМ поступает 14-разрядный циклический используемый для контроля за накопленной ошибкой код с фотоэлектрического преобразователя угол-код, установленного непосредственно на валу ω .

3. СХЕМА ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ В ДИФРАКТОМЕТРЕ

Параметры элементарной ячейки кристалла определяются вне дифрактометра. Грубая ориентировка кристалла может производиться в координатном дифрактометре оптическим методом или с помощью телевизионного монитора. Юстировка вдоль оси гониометрической головки производится методами, применяемыми в дифрактометрах с наклонной геометрией: по отражениям $00l$ для кристаллов нетриклинической сингонии и по отражениям hkl для триклинических кристаллов /1/. Определение ω_0 производится путем нахождения максимума интенсивности сильного отражения с известными индексами. Повороты счетчика в обычном дифрактометре на углы ν и ω заменяются программой, выдающей на дисплей интенсивности в области 9x9 элементов вблизи точки с заданными X и Z. Для отьюстированного кристалла рассчитывается предварительный список индексов hkl , упорядоченный по интервалам $\Delta\omega_i = 0,1^\circ - 0,3^\circ$, и заносится в память на магнитном диске. Во время вращения кристалла в интервале $\Delta\omega_i$ в оперативной памяти ЭВМ накапливается дифракционная картина. Одновременно с дисков вызываются индексы hkl для 5 интервалов $\Delta\omega$, расположенных симметрично относительно $\Delta\omega_{i+2}$. С помощью уточненной

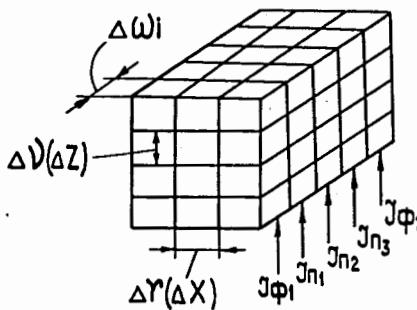


Рис.2. Измерение интегральной интенсивности в дифрактометре.

четыре таблицы, в которые помимо hkl заносятся последовательно суммы $J_{\phi 1}$ при измерении в $\Delta\omega_i$; $J_{\phi 1}$, J_{p1} для $\Delta\omega_{i+1}$; $J_{\phi 1}$, J_{p1+p2} для $\Delta\omega_{i+2}$; $J_{\phi 1}$, $J_{p1+p2+p3}$ для $\Delta\omega_{i+3}$. После получения в интервале $\Delta\omega_{i+4}$ пятой суммы $J_{\phi 2}$ проводится контроль за перекосом фона $J_{\phi 1} - J_{\phi 2} < n \sqrt{J_{\phi 1} + J_{\phi 2}}$, рассчитываются интегральная интенсивность $J_{\text{инт}} = J_{p1+p2+p3} - \frac{3}{2}(J_{\phi 1} + J_{\phi 2})$ и статистическая ошибка $\sigma = \sqrt{J_{p1+p2+p3} + \frac{9}{4}(J_{\phi 1} + J_{\phi 2})}$ и вместе с индексами hkl и признаком перекоса фона r заносятся в пятую таблицу. По мере завершения цикла измерений в пяти интервалах hkl , $J_{\text{инт.}}$, σ , r соответствующих отражений запоминаются на диске. При описанной методике интегральная интенсивность изменяется в 27-147 элементах обратного пространства $\Delta\chi \times \Delta\nu \times \Delta\omega$ с размерами, приблизительно равными $0,2^\circ \times 0,2^\circ \times 0,2^\circ$, расположенных вблизи расчетного положения центра узла обратной решетки. Первые два размера определяются из компромисса между необходимой степенью разрешения соседних порядков и разрешением съемки $1/d_{\min}$. Величина $\Delta\omega_i$ устанавливается таким образом,

чтобы число отражений с $\Delta\omega > 3\Delta\omega_i$ было малым. Фон измеряется в 18-98 элементах, смешанных по ω влево и вправо от узла /рис.2/. Методика напоминает процедуру измерения интегральной интенсивности в 512-канальном дифрактометре КАРД-1 /5/. Для введения поправки на дрейф 1 раз в час запоминается число анодных импульсов в счетчике за время прохождения заданных интервалов $\Delta\omega$.

После завершения съемки кристалла производится первичная обработка полученных данных, включающая введение поправки на дрейф и поправочных множителей Лоренца поляризации, учет поглощения, усреднение эквивалентных отражений, объединение массивов,

матрицы ориентации UV по этим hkl составляется уточненный список hkl для интервала $\Delta\omega_{i+2}$. Для этих hkl из $\Delta\omega_{i+2}$ рассчитываются координаты X_{hkl} , Z_{hkl} центра рефлекса. Вблизи центра каждого рефлекса производится суммирование в областях $n \times n$ элементов / n и m изменяются от 3 до 7 в зависимости от расстояния до центра камеры по X и Z /. Таким образом, для этих рефлексов в интервале $\Delta\omega_i$ будет измерен фон слева $J_{\phi 1}$. Уточненный список hkl для $\Delta\omega_{i+2}$ проходит последовательно через

вычисление модулей структурных амплитуд и весов, редактирование и упорядочение по hkl , статистический анализ /14/. Результаты первичной обработки запоминаются на магнитной ленте и используются для определения и уточнения в ЭВМ структуры следующей ступени.

Для введения поправки на дрейф намеченные интервалы исследуются заранее в течение короткого промежутка времени. В этих интервалах измеряется также интенсивность отражений для контроля за распадом кристалла. Для введения поправки на поглощение по Филлипсу предварительно получаются интегральные кривые пропускания.

Уточнение матрицы ориентации производится путем нахождения X , Z , ω для максимумов 10-15 отражений, расположенных в двух областях ω , различающихся приблизительно на 90° . Для этого регистрируются дифракционные картины от неподвижного кристалла с шагом $\Delta\omega = 0,05^\circ / 3$.

4. ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ КООРДИНАТНОГО ДИФРАКТОМЕТРА

Возможность раздельного измерения интегральной интенсивности соседних отражений, регистрируемых в пропорциональной камере, определяется расстоянием между рефлексами, равным $\frac{\lambda \cdot R}{\cos^2 \alpha}$, и размерами пятен, зависящими от пространственного разрешения камеры $\Delta_{N,a}$, отклонения дифрагированного пучка от нормали на угол $\alpha - \Delta_\alpha$, расходности дифрагированных пучков k и размеров образца R . Суммарную величину $\Delta_{N,a,k}$ можно получить исходя из кривых разрешения наклоненных пучков /11/. $\Delta_{N,a}$ определяется в основном размытием косых пучков /1/. Приравняв расстояние между пятнами и их размеры на краях камеры $\alpha = \Theta_{\max}$, получим предельную величину параметра ячейки исследуемого кристалла a_{\max} для данного расстояния между образцом и камерой:

$$a_{\max} = \frac{\lambda \cdot R}{\Delta_{N,a,k} \cdot \cos^2 \Theta_{\max}} = \frac{\lambda \cdot R}{\Delta_{N,a} \cos^2 \Theta_{\max} + R \cdot k + P \cos \Theta_{\max}}. \quad /4/$$

Ускорение съемки в координатном дифрактометре пропорционально a_{\max}^2 и квадрату разрешения съемки $(\frac{1}{d_{\min}})^2 = (\frac{2 \sin \Theta_{\max}}{\lambda})^2$. При увеличении R пропорционально увеличивается a_{\max} и уменьшается $\frac{1}{d_{\min}}$, поскольку $\Theta_{\max} = \arctg \frac{L}{2R}$. В табл.1 приведены величины d_{\min} и a_{\max} для различных расстояний между образцом и детектором и величин k / $P = 0,4 \text{ мм}/$.

На рис.3а показано разделение отражений от монокристалла белка леггемоглобина $\alpha = 27^\circ$, $R = 275 \text{ мм}$ при измерении интен-

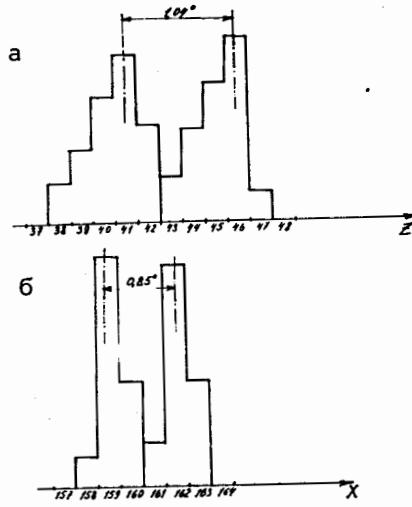


Рис.3. Разрешение отражений от монокристалла леггемоглобина при сдвиге камеры: а/ на пять элементов для периферийного отражения, $\alpha = 27^\circ$, и б/ на три элемента для центрального отражения, $\alpha = 5^\circ$.

сивности в 5×5 элементах. Разделение получено при сдвиге камеры на 5 элементов, эквивалентном расстоянию между соседними порядками для $a_{\max} = 84 \text{ \AA}$, что согласуется с данными табл.1 при $R = 300 \text{ мм}$, $k = 0,15^\circ$, $P = 0,4 \text{ мм}$. В середине камеры 5 элементов соответствуют большему в $\frac{1}{\cos^2 \alpha}$ углу и $a_{\max} = 63^\circ$. Размер пятна в середине камеры быстро убывает и, чтобы сохранить разрешение соседних отражений, следует в зависимости от расстояния до центра камеры уменьшать число элементов, в которых суммируется интенсивность. На рис.3б показано разделение центральных отражений ($\alpha = 5^\circ$) при измерении интенсивности в 3×3 элементах, $a_{\max} = 103 \text{ \AA}$.

Таблица 1

Разрешение съемки $\frac{1}{d_{\min}} = \frac{2 \sin \theta_{\max}}{\lambda}$, размер пятен $\Delta_{N,\alpha,k,p}$ в элементах изображения и предельная величина параметров ячейки a_{\max} в зависимости от расстояния между образцом и детектором R и расходности дифрагированного пучка k

R мм	300	500	750
$2 \theta_{\max}^\circ$	58	38	25
$d_{\min} \text{ \AA}$	1,6	2,5	3,5
$\Delta_{N,\alpha,k,p}$			
$\alpha = 0,08^\circ$	-	-	3,0
$\alpha = 0,15^\circ$	5,4	4,3	3,8
$\alpha = 0,3^\circ$	6,0	5,3	5,3
$(P=0,4 \text{ мм}) \quad \alpha = 0,5^\circ$	6,8	6,6	7,3
$a_{\max} \text{ \AA}$			
$\alpha = 0,08^\circ$	-	-	320
$\alpha = 0,15^\circ$	84	150	253
$\alpha = 0,3^\circ$	76	122	181
$(P=0,4 \text{ мм}) \quad \alpha = 0,5^\circ$	67	98	132

Таблица 2
Сравнение вычисленных и измеренных координат центроида для пучка, проходящего через центр гониометра

γ°	-20	-15	-10	-5	-4	-2	0	2	4	5	10	15	20	25	29
Z эксп.	-74,42	-54,52	-35,73	-17,37	-13,78	-6,89	0	7,01	14,20	17,76	35,61	54,53	74,22	95,22	113,43
Z выч.	-74,25	-54,44	-35,61	-17,55	-13,95	-6,90	0	6,90	13,95	17,55	35,61	54,44	74,25	95,40	113,66
ΔZ	0,17	0,08	0,12	-0,18	-0,17	-0,01	0	-0,11	-0,25	-0,21	0	-0,09	0,03	0,18	0,23
ΔY°	0,04	0,02	0,03	-0,04	-0,04	0	0	-0,02	-0,05	-0,05	0	-0,02	0,01	0,03	0,04

Рис.4. Дифракционная картина от кристалла леггемоглобина. Снимок с экрана ТВ-монитора.

Точность измерения интегральных интенсивностей определяется однородностью эффективности детектора и стабильностью во времени. При смещении первичного пучка по камере путем наклона на μ и измерении его интенсивности в группе 3×3 элемента изображения была получена одна и та же величина интенсивности с отклонением $\pm 1\%$; падение эффективности на краях камеры из-за большого поглощения в воздухе компенсируется большим поглощением наклоненных пучков в эффективном объеме. Для пучков с сечением, большим 0,5 мм, поглощением в проволочках переднего ката

тода $\phi 50$ мкм, расположенных после 2-мм дрейфового промежутка, можно пренебречь /10/. Неоднородность ширины каналов /относительное среднеквадратичное отклонение/, измеренная с помощью радионуклида ^{55}Fe , составляет $\delta_x = 2\%$, $\delta_y = 4\%$. Неоднородность ширины каналов в группе 3×3 элемента мала / $<2\%$ /, но и ее влияние исключается при измерении пика и фона в одних и тех же элементах.

Суммарная нестабильность эффективности камеры и первичного пучка определяется большей нестабильностью рентгеновского аппарата и при введении поправки на дрейф не превышает 0,5%.

Вместо поворота обычного счетчика на углы γ и ν в наклонном дифрактометре в координатном дифрактометре область из $n \times m$ элементов смещается на X и Z , см. выражение /2/. При введении поправки, зависящей от ν и $(y - y_0)$, положение центра тяжести рефлекса можно рассчитать с отклонением от измеренного, не превышающим $\pm 0,25$ элемента изображения / $\pm 0,35$ мм/, независимо от положения рефлекса в камере /табл. 2/. Такая ошибка в предсказании центра тяжести рефлекса не приводит к ошибке в измерении интегральной интенсивности, большей $\pm 2\%$, при измерении ее в 3×3 элементах.

При вращении пластинчатого кристалла леггемоглобина общая загрузка камеры вследствие изменения множителя поглощения плавно изменялась в пределах $\pm 15\%$. Колебания загрузки в результате изменения числа и интенсивности отражений в пределах $\Delta \omega = 0,5^\circ$

не превышает $\pm 4\%$. Таким образом, при введении поправки по числу импульсов, зарегистрированных в интервале $\Delta \omega$, пересчетным устройством в цепи анодной плоскости, ошибка из-за потерь счета не превысит 1%.

На рис.4 приведена дифракционная картина от ориентированного кристалла леггемоглобина, полученная при вращении кристалла в интервале $\Delta \omega = 2^\circ$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создаваемый на базе плоской МПК дифрактометр КАРД-3 имеет большое число элементов разрешения, высокую эффективность регистрации рентгеновского излучения и хорошее быстродействие. Данные параметры позволяют значительно сократить время съемки монокристаллов белков. Используемый способ съема информации с МПК делает дифрактометр относительно простым и надежным в работе. В дальнейшем временное разрешение МПК будет сокращено в несколько раз, что даст возможность проводить исследования с помощью синхротронного излучения.

В заключение авторы выражают искреннюю благодарность академику Б.К. Вайнштейну и члену-корреспонденту АН СССР А.М. Балдину за внимание и интерес к работе, Л.Г. Макарову за поддержку при создании автоматического рентгеновского детектора АРД-1.

ЛИТЕРАТУРА

1. Arndt U.W. Acta Crystallogr., 1968, B24, No.10, p.1355-1357.
2. Хейкер Д.М. Кристаллография, 1978, 23, №6, с.1288-1302.
3. Xuong N.H. et al. Acta Cryst., 1978, A34, p.289-296.
4. Мокульская Т.Д. и др. Препринт ИАЭ-3369/15, М., 1980.
5. Вайнштейн Б.К. и др. Кристаллография, 1975, 20, №4, с.829-836.
6. Kahn R. et al. Nucl.Instr. and Meth., 1980, 172, p.337-344.
7. Arndt U.W., Gilmore D.Y. J.Appl.Cryst., 1979, 12, p.1-9.
8. Xuong N.H. et al. In: Abstracts Fourth European Crystallographic Meeting, Oxford, 1977.
9. Арутюнян Э.Г. и др. In: Abstracts Sixth European Crystallographic Meeting. Barcelona, 1980, p.324.
10. Anisimov Yu.S. et al. Nucl.Instr. and Meth., 1981, 179, p.503.
11. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-80-569, Дубна, 1980.
12. PEP-500, Lithocon Solid Image Memory/Scan Convertor. Princeton Electronic Products Inc., 1976.
13. Хейкер Д.М. Рентгеновская дифрактометрия монокристаллов. "Машиностроение", Л., 1973.
14. Шульмайстер В.М. В сб.: Аппаратура и методы рентгеновского анализа. "Машиностроение", Л., 1981, №25, с.147-151.

Рукопись поступила в издательский отдел
14 октября 1981 года.