

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

2514/83

16/5-83
18-83-109

Ю.В.Заневский, А.Н.Попов*, Д.М.Хейкер*,
С.П.Черненко

ПРОСТРАНСТВЕННОЕ РАЗРЕШЕНИЕ
КООРДИНАТНОГО ДИФРАКТОМЕТРА КАРД-3
С ПЛОСКОЙ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРОЙ

Направлено в журнал "Аппаратура
и методы рентгеновского анализа"

* Институт кристаллографии АН СССР, Москва

1. ВВЕДЕНИЕ

Координатные рентгеновские дифрактометры за счет параллельного измерения одновременно возникающих отражений позволяют на 1-2 порядка ускорить дифракционный эксперимент на кристаллах белков и одновременно сократить дозу облучения образца^{/1-5/}.

К настоящему времени в координатных дифрактометрах уже получен ряд полных наборов интегральных интенсивностей, использованных для расшифровки или уточнения атомной структуры макромолекул белков^{/6-9/}. Опыт использования этих приборов показал, что время эксперимента сокращается со многих месяцев до нескольких дней, уменьшаются число необходимых для исследования образцов и их размеры, становится возможным исследовать нестабильные при облучении кристаллы при низком уровне радиационных повреждений. Эти обстоятельства имели, например, решающее значение при исследовании большого числа нестабильных белковых комплексов для выяснения структурного механизма функционирования леггемоглобина^{/8,9/}.

На современном этапе развития конструкций координатных дифрактометров наиболее эффективными, надежными и вместе с тем относительно простыми являются дифрактометры на основе плоских многократных пропорциональных камер /МПК/ с числом каналов от 16 до 64 тысяч^{/10-12/}. Важнейшие преимущества дифрактометров с плоским детектором по сравнению с дифрактометрами, основанными на цилиндрических^{/2,4/} или сферических^{/13/} детекторах, - это возможность, увеличивая расстояние от образца до детектора, улучшать угловое разрешение прибора и, уменьшая это расстояние, повышать разрешение съемки. Дифрактометры с МПК с линиями задержки зарекомендовали себя как наиболее надежные в работе, относительно простые и недорогие устройства^{/10,12/}.

Нами в 1981 году был создан координатный автоматический рентгеновский дифрактометр КАРД-3 с МПК с быстрыми линиями задержки и двукружным гониометром наклонного типа, обладающий высоким пространственным и временным разрешением^{/12/}. Особенности конструкции МПК, специально разработанной для регистрации двумерной дифракционной картины, являются наличие плоского дрейфового промежутка, съем обеих координат с катодных плоскостей, большие размеры чувствительной зоны /350x320 мм²/, большое число каналов /256x256 = 65000/, меньший шаг дискретизации в ЭВМ по сравнению с шагом анодных проволочек, малый диаметр катодных проволочек^{/14,15/}. Благодаря этим особенностям камеры и использованию наклонного гониометра с неподвижным детектором получены высокие

параметры дифрактометра: угловое разрешение близких пучков

$$\Delta\alpha = \frac{\lambda}{a_{\max}} / a_{\max} - \text{предельный период кристаллической решетки,}$$

$$\lambda - \text{длина волны излучения/}, \text{ разрешение съемки } \frac{1}{d_{\min}} = \frac{2 \sin \theta_{\max}}{\lambda}$$

$/2\theta_{\max}$ - максимальный угол рассеяния/, число измеряемых порядков $M = \frac{a_{\max}}{d_{\min}} \approx 50$ и другие, что приводит к высокой степени ус-корения эксперимента по сравнению со случаем использования одно-канальных приборов и к такому же сокращению дозы облучения образ-ца при относительно высокой точности измерения интегральных ин-тенсивностей /~5%/.

Настоящая работа посвящена оценке основных параметров дифрак-тометра КАРД-3, связанных с пространственным разрешением. Вся совокупность характеристик дифрактометра КАРД-3, созданного на базе автоматизированного рентгеновского детектора^{14/} с плоской пропорциональной камерой^{15/}, будет рассмотрена отдельно.

2. УГЛОВОЕ РАЗРЕШЕНИЕ

Угловое разрешение дифрактометра определяется следующими ком-понентами: линейными размерами элемента пространственного разре-шения МПК δ / δ - ширина кривой разрешения на уровне 5% при нор-мальном падении пучка/, размытием дифракционного пятна при от-клонении пучка от нормали к плоскости камеры на угол α /обуслов-ленным тем, что координаты точки конверсии фотонов, поглощенных на различной глубине t , смещаются на величину $t \cdot \operatorname{tg} \alpha$ /, расходи-мостью дифрагированных пучков κ :

$$\Delta\alpha = \frac{\delta}{R/\cos^2\alpha} + \frac{t \cdot \operatorname{tg} \alpha}{R/\cos^2\alpha} + \kappa = \frac{\delta \cdot 2 \operatorname{tg} \alpha}{L/\cos^2\alpha} + \frac{t \cdot 2 \operatorname{tg}^2 \alpha}{L/\cos^2\alpha} + \kappa, \quad /1/$$

где R - расстояние от центра гониометра до МПК, t - толщина эф-фективного объема, L - размеры входного окна МПК.

Как следует из выражения /1/, при приближении МПК к образцу угловое разрешение ухудшается на краях камеры не только из-за увеличения угловых размеров элементов разрешения /множитель

$\frac{\cos^2\alpha}{R}$ /, но также из-за увеличения эффекта косого падения /мно-

житель $\operatorname{tg} \alpha$ /. Из выражения /1/ следует также, что при фиксирован-ном разрешении $\alpha = \theta_{\max} = \operatorname{const}$ угловое разрешение съемки на краях камеры $\alpha = \theta_{\max}$ тем лучше, чем больше элементов разрешения при-ходится на диаметр детектора $(\frac{L}{\delta})$ и чем меньше относительная тол-щина эффективного объема (t/L) .

3. ЛИНЕЙНЫЕ РАЗМЕРЫ ЭЛЕМЕНТА ПРОСТРАНСТВЕННОГО РАЗРЕШЕНИЯ МПК

Величина δ в направлении X /вдоль анодных нитей/ определя-ется сверткой функции Гаусса и прямоугольной функции шага диск-ретизации координаты X в ЭВМ. Ширина функции Гаусса /1 мм/ зависит от ошибок электроники кодирования, длины пробега оже-электронов с энергией 5 кэВ, образующихся при конверсии фотонов рентгенов-ского излучения $\text{CuK}\alpha$ в Хе, флуктуаций диффузии электронного облака на пути к проволочке анода и флуктуаций в распространении лавины вдоль анода^{16/}. В поперечном направлении /по Z / следует дополнительно учитывать дискретизацию, вносимую лока-лизацией лавин на анодных проволочках, но исключить флуктуации в диффузии электронного облака и распространении лавины вдоль проволочки.

Пространственное разрешение экспериментально определялось с помощью кривых разрешения: зависимостей скорости счета в кана-лах от смещения узкого монохроматизированного пучка $\text{CuK}\alpha$ -излу-чения /FWHM = 0,15 мм/ /рис.1 и 2/.

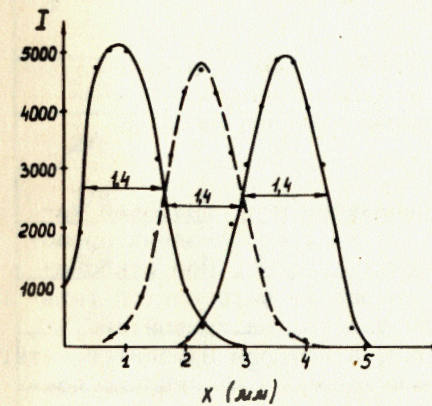


Рис.1. Экспериментальные кривые разрешения по направлению X при нормальном падении узкого пучка. Шаг дискретизации равен 1,33 мм.

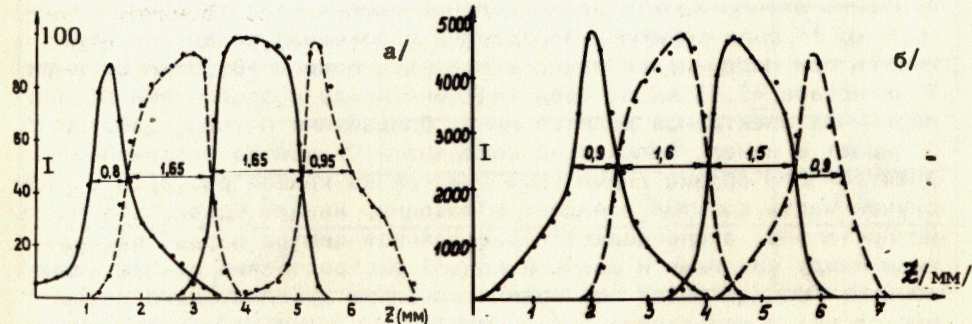


Рис.2. Экспериментальные кривые разрешения по направлению Z при нормальном падении узкого пучка /позиции а и б/.

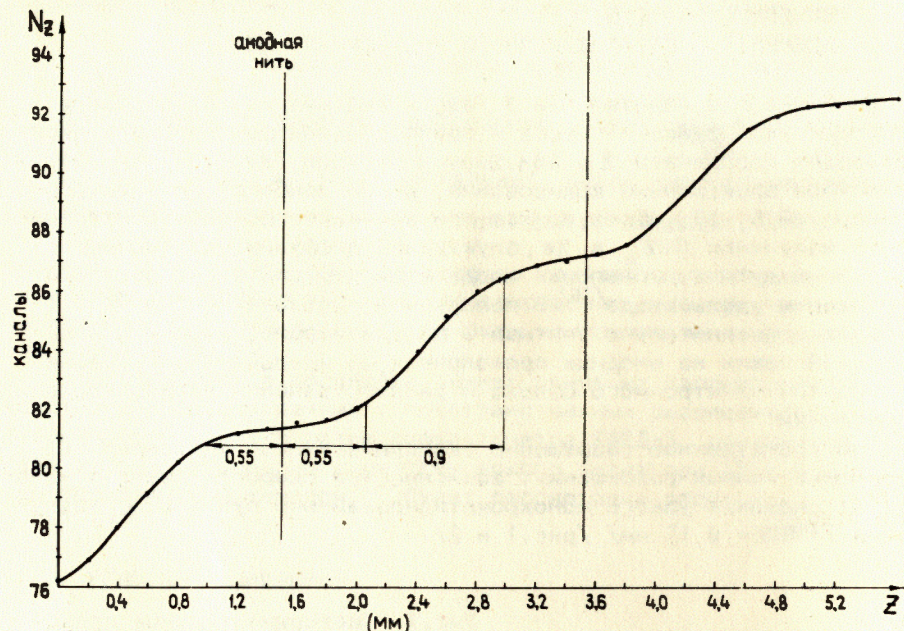


Рис.3. Развитие лавин на одной и двух нитях. Положение центроида узкого пучка в единицах канала памяти ЭВМ при ширине каналов 0,36 мм /экспериментальная кривая/.

Для оценки кривых разрешения по направлению Z разобьем камеру на чередующиеся полосы шириной 1,1 мм около анодных проволочек и 0,9 мм около средней линии между анодами. При отклонении пучка от нити в пределах $\pm 0,55$ мм лавина развивается только на этой проволочке /горизонтальный участок на кривой рис.3/, большая часть событий попадает в канал, в котором находится нить. Часть событий может попасть в соседний канал, если граница между каналами и проволочка находятся на расстоянии, меньшем, чем половина ширины кривой распределения ошибок электроники, т.е. $0,5 \text{ мм}^{1/15}$. Доля событий, попадающих в соседний канал, не изменяется при перемещении пучка в пределах полосы $\pm 0,55$ мм от нити. В интервале $\pm 0,45$ мм от средней точки между проволочками облако первичных электронов делится между ближайшими нитями, событие попадает в канал, включающий координату Z центра первичного электронного облака /наклонный участок на кривой рис.3/. И в этом случае часть событий попадает в соседний канал. Однако эта часть не постоянна, а определяется расстоянием центра облака от границы между каналами и шириной кривой распределения ошибок электроники. Границы между полосами и каналами дополнительно размываются из-за неопределенности, связанной с шириной профиля пучка,

преимущественного вылета фотоэлектронов под углом $> 0^\circ$ относительно направления пучка и конечной величины свободного пробега электронов /FWHM = 0,3 мм/.

Из кривых на рис.2 и расчетов /табл.1/ следует, что средняя величина для ширины кривых разрешения по Z на уровне 5% равна 2,7 мм при разбросе от 2,35 до 3,3 /относительное среднеквадратичное отклонение $\epsilon = 9\%$. Среднее значение интегральной ширины, равное площади под кривой разрешения, деленной на высоту в максимуме, равна 1,33 мм при разбросе от 1,23 до 1,39 мм / $\epsilon = 4,7\%$ /см. табл.1/.

Таблица 1

Полная ширина на уровне 5% и интегральная ширина кривых разрешения по Z

Смещение канала относительно анодной нити (в ед.канала)	Полная ширина на уровне 5% (мм) δ	Интегральная ширина (И.Ш.) (мм)	Относительное отклонение И.Ш. от среднего значения (%)	Относительное отклонение δ от среднего значения (%)
0	2,80	1,33	0	5
1/8	2,70	1,33	0	1,5
2/8	3,30	1,23	7,5	24
3/8	2,70	1,33	0	1,5
4/8	2,8	1,33	0	5
5/8	2,7	1,23	7,5	1,5
6/8	2,55	1,39	4,5	4
7/8	2,4	1,38	3,8	9
8/8	2,35	1,35	1,5	12
9/8	2,4	1,38	3,8	9
10/8	2,55	1,39	4,5	4
11/8	2,7	1,23	7,5	1,5
средняя величина	2,66	1,33	4,7*	9*

* Среднеквадратичное отклонение ϵ .

Из кривых разрешения по X /рис.2/ получена ширина на уровне 5%, равная 2,8 мм, интегральная ширина - 1,4 мм. Разброс в этом случае связан только с неоднородностью анодной нити и неравномерностью линии задержки. Таким образом, интегральную интенсивность двух узких пучков, падающих по нормали к поверхности камеры, можно измерить раздельно /с перекрытием $\leq 5\%$ /, если расстояние между ними $\geq 2,8$ мм /два канала/. Лишь в небольшом числе случаев /<8% / перекрытие будет равно 7-8%. При использовании центральной части детектора, удаленного на 500 мм от центра гониометра, и идеальной фокусировке дифракционных пучков можно исследовать кристаллы с периодами решетки

$$a_{\max} = \frac{\lambda \cdot R}{\delta} \approx 275 \text{ \AA}.$$

Здесь использованы экспериментально полученные характеристики пространственного разрешения рентгеновского детектора^{15/}, что позволило, как будет показано далее, получить хорошее согласие расчетных и экспериментальных значений параметров высокопроизводительного дифрактометра. Следует отметить, что применение цифрового съема не дает оснований принимать за оценку ширин канала по координате Z /для нашего случая это необходимо делать на уровне 5% / шаг анодных проволочек. Эта величина, как видно из^{17/}, будет существенно больше. При съеме информации по методу "центра кластеров"^{11/} ситуация может лишь осложниться нестабильностью порогов дискриминаторов, которая, как известно^{18/}, вызывает дополнительное ухудшение пространственного разрешения. Очевидно, для корректной сравнительной оценки существующих дифрактометров требуется использование экспериментально подтвержденных параметров.

4. РАЗРЕШЕНИЕ ПРИ НАКЛОННОМ ПАДЕНИИ

Кривую разрешения при наклонном падении можно получить, экспериментально снимая кривую разрешения с помощью узкого наклонного пучка /рис.4/. Рассчитать такую кривую можно, добавив к свертываемым функциям функцию "наклонного падения" /рис.5/. При наклонном падении пучка координата точки конверсии фотона будет зависеть от глубины, на которой происходит конверсия, вследствие чего дифракционное пятно размывается, экспоненциально ослабляясь.

При расстоянии образец - камера, равном 500 мм, на краю камеры / $\alpha = 20^\circ$ / между раздельно регистрируемыми узкими пучками

должен быть угол $\Delta_\alpha = \frac{\delta_\alpha}{R / \cos \alpha} = 0,55^\circ$, что соответствует ширине кривой разрешения на уровне 5%, равной четырем каналам $\delta_\alpha = 5,5$ мм /рис.4/. Это приводит к $a_{\max} = \frac{\lambda}{\Delta_\alpha} = 159 \text{ \AA}$.

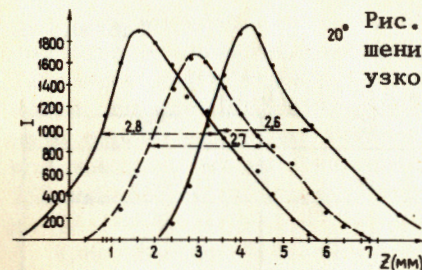


Рис.4. Экспериментальные кривые разрешения по направлению Z при отклонении узкого пучка от нормали на угол $\alpha = 20^\circ$.

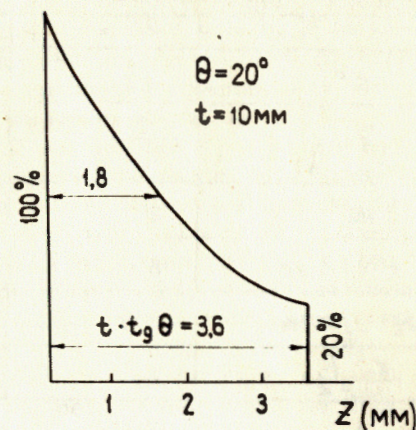


Рис.5. Функция "наклонного падения" для $\alpha = 20^\circ$.

5. УЧЕТ РАСХОДИМОСТИ ДИФРАКЦИОННЫХ ПУЧКОВ

Если предположить, что расходимость дифракционных пучков равна расходимости первичного пучка, то в случае съемки без монохроматора

$$\kappa = \frac{P + F}{S} = \frac{0,4 \text{ мм} + 0,4 \text{ мм}}{200 \text{ мм}} \approx 0,004 (0,23^\circ),$$

где P - размеры образца, F - размеры проекции фокуса трубки, S - расстояние от образца до фокуса трубки.

Вклад от расходимости дифрагированного пучка составит $\frac{\kappa R}{\cos^2 \alpha}$. Размеры дифракционных пятен при $R = 500$ мм составят 5-8 мм /4-6 каналов/, угловое разрешение на краю камеры будет равно $0,7^\circ$, $a_{\max} = 130 \text{ \AA}$ /см. табл.2/. Увеличение ширины функции наклонного падения $t \cdot \text{tg} \alpha$ при уменьшении R до 300 мм / $\alpha = 29^\circ$ / будет компенсироваться уменьшением вклада в размеры пятен от расходимости пучков. При увеличении R до 750 мм / $\alpha = 12,5^\circ$ / эффект косоугольного падения уменьшится, но увеличится вклад от расходимости пучков, так что размеры пятен будут одинаковы при изменении R от 300 до 750 мм. Мало изменится и число измеряемых порядков M . Для КАРД-3 оно равно 52-56, то есть более чем в полтора раза превышает соответствующую величину для дифрактометра АРГУС^{11/}, соответственно можно ожидать и в 2,5 раза большей производительности при одинаковой мощности рентгеновских трубок.

В центре детектора $\frac{R}{\cos^2 \alpha} = R$ и угловое разрешение при измерении в том же числе каналов ухудшается, поэтому в центральной

Угловое разрешение Δ_α и разрешение съемки $\frac{1}{d_{\min}}$ Таблица 2
в дифрактометре КАРД-3, $\kappa = 0,004 / 0,23^\circ /$

R мм	300	500	750
α°	29	19	12,5
$\frac{1}{d_{\min}(\text{Å})}$	$\frac{1}{1,6}$	$\frac{1}{2,5}$	$\frac{1}{3,5}$
δ мм	2,8	2,8	2,8
$t \cdot \operatorname{tg} \alpha$ мм	5,6	3,4	2,2
$\delta * t \cdot \operatorname{tg} \alpha$ мм	7,0	5,5	нет данных
$\frac{\lambda \cdot R}{\cos^2 \alpha}$	1,6	2,3	3,2
Δ мм	7-10	5-8	5-8
Δ каналов	5-7	4-6	4-6
$\Delta_\alpha^\circ (n = 5 \text{ каналов})$	1,0	0,7	0,5
$a_{\max} = \frac{\lambda}{\Delta_\alpha} (\text{Å})$	90	130	180
$\frac{a_{\max}}{d_{\min}}$	57	52	52

части число каналов, используемых для измерения интегральной интенсивности, должно быть уменьшено. Это возможно, поскольку размеры пятен в центре меньше вследствие уменьшения эффекта косого падения^{12/}.

6. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛОВОГО РАЗРЕШЕНИЯ И РАЗРЕШЕНИЯ СЪЕМКИ ДИФРАКТОМЕТРА

Для экспериментального подтверждения приведенных выше оценок углового разрешения и разрешения съемки дифрактометра далее описываются условия съемки реальных кристаллов белков, которые исследовались в дифрактометре, и результаты измерений.

Кристаллы ряда производных белка леггемоглобина /B2, $a = 93,12 \text{ Å}$, $b = 38,29 \text{ Å}$, $c = 51,93 \text{ Å}$, $\gamma = 99^\circ$ снимались на монохроматизированном с помощью пиролитического графита CuK_α -излучении. Размеры кристаллов вдоль оси гониометрической головки - $1 \div 2$ мм, в экваториальной плоскости - $0,4 \times 0,7$ мм. Размеры проекции фокуса трубки - $0,4$ мм, расстояние от фокуса до монохроматора - 120 мм, от монохроматора до кристалла - 165 мм, диаметр диафрагм коллиматора - $0,8$ мм. Расстояние от кристалла до каме-

ры - 326 мм, координаты перпендикуляра, опущенного из центра гониометра на камеру, $X_0 = 147,6$ каналов, $Z_0 = 105,3$ каналов. Перпендикуляр повернут относительно нулевой меридиональной плоскости, содержащей первичный пучок, на угол $\kappa_0 = 22,38^\circ$. Координаты первичного пучка равны: $X = 248$, $Z = 10$ / $\mu = 19,7^\circ$ /. Использовалась область камеры от 7 до 250 канала по X и от 4 до 250 канала по Z, что соответствует диапазону изменения κ от 0° до $52,1^\circ$, ν от $-19,7^\circ$ до $31,9^\circ$ и разрешению съемки $1,8 \text{ Å}$.

Кристалл трансминазы / $a = 62,7 \text{ Å}$, $b = 118 \text{ Å}$, $c = 124 \text{ Å}$, $P2_12_12_1$ / исследовался с помощью отфильтрованного / Ni - фильтр / CuK_α -излучения. Размеры кристалла в экваториальной плоскости - $0,3 \times 0,6$ мм, вдоль оси гониометрической головки - 3 мм, диаметр диафрагм коллиматора - $0,8$ мм, размеры проекции фокуса трубки - $0,4$ мм, расстояние от фокуса до кристалла - 285 мм. Расстояние от кристалла до детектора $R = 541$ мм, перпендикуляр, опущенный из кристалла на камеру, попадает в точку с координатами $X_0 = 120,5$; $Z_0 = 127,7$ /каналов/ и повернут относительно нулевой меридиональной плоскости, содержащей первичный пучок, на угол $\kappa_0 = 18,3^\circ$. Координаты первичного пучка X и Z равны соответственно 255 и 9 / $\mu = 15,8^\circ$ /. Использовалась область камеры от 7-го до 250-го канала по оси X и от 4 до 250 канала по оси Z, что соответствовало диапазону изменения κ от $0,7^\circ$ до $33,9^\circ$, ν - от $-16,5^\circ$ до $+16,7^\circ$ и разрешению съемки $2,7 \text{ Å}$.

На рис.7 приведены распечатки нескольких отражений от кристалла трансминазы, зарегистрированные у краев камеры. В табл.3 и 4 даны доли интегральной интенсивности, измеренные для отражений от леггемоглобина и трансминазы в группе 5×5 каналов / 7×7 мм/. Из приведенных данных следует, что в указанной группе каналов регистрируется от 95 до 99% интегральной интенсивности для кристалла трансминазы и от 92 до 99% для леггемоглобина. Экспериментальные данные хорошо согласуются с приведенными выше оцен-

ками. Отношение $M = \frac{a_{\max}}{d_{\min}}$, квадрат которого характеризует возмож-

ность одновременных измерений, составило фактически при съемке

трансминазы $\frac{124,4 \text{ Å}}{2,7 \text{ Å}} = 46$, что близко к отношению числа каналов на диаметре камеры к размеру дифракционного пятна в каналах $\frac{245}{5} = 49$,

полученного по приведенной ранее оценке.

7. НЕОДНОРОДНОСТЬ ШИРИНЫ КАНАЛОВ И ЭФФЕКТИВНОСТИ. ТОЧНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕГРАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОСТИ

Неоднородность ширины каналов и неоднородность эффективности регистрации /из-за прогиба майларовой пленки, поглощения в нитях передней катодной плоскости, различного наклона к плоскости

Таблица 3

Интегральная интенсивность отражений от кристалла
леггемоглобина / $a_{\max} = 92 \text{ \AA}$, $R = 326 \text{ мм}$, $\mu = 19,67^\circ$ /

	γ_0	ν_0	α_x°	α_z°	$I^{(r\kappa s)}$	$I_\varphi^{(r\kappa s)}$	$I_{\text{инт.}}$	$\frac{I^{(r\kappa s)}}{I_{\text{инт.}}}$ %
a	$6,68^\circ$	$26,78^\circ$	$15,7^\circ$	$26,78^\circ$	2834	60	3021	94
δ	$13,05^\circ$	$23,6^\circ$	$9,30^\circ$	$23,6^\circ$	1181	73	1302	92
ε	$1,71^\circ$	$12,03^\circ$	$20,67^\circ$	$12,03^\circ$	13230	40	13554	97,6
z	7°	-15°	$15,38^\circ$	15°	9748	83	9827	99

Таблица 4
Интегральная интенсивность отражений от кристалла
трансаминазы / $a_{\max} = 124,4 \text{ \AA}$, / $R = 541 \text{ мм}$, $\mu = 15,8^\circ$ /

	γ_0	ν_0	α_x	α_z	$I_{\text{инт.}}$	$I_\varphi^{(r\kappa s)}$	$I^{(r\kappa s)}$	$\frac{I^{(r\kappa s)}}{I_{\text{инт.}}}$ (%)
a	* II	0	7,36	0	46487	35	45372	97,6
δ	17,33	7,83	I	7,83	2215	55	2111	95
б	11,58	11,42	6,75	11,48	3345	8	3289	98
z	2,91	12,87	15,42	12,87	2005	5	1997	99,6
g	10,33	15,0	8	15,0	1267	8	1223	96,5
e	7,33	15,8	11	15,8	34144	20	32758	96

* Здесь $\mu = 0$.

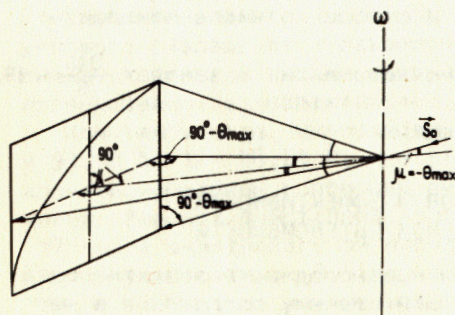


Рис. 6. Геометрия съемки
в дифрактометре КАРД-3.

	212	213	214	215	216	217	218	219	220
220	70	68	58	79	71	60	72	77	70
221	87	68	75	63	65	71	63	55	64
222	62	73	71	108	115	80	67	59	59
223	77	69	71	251	436	140	63	71	56
224	57	65	74	153	616	308	84	53	59
225	60	58	60	65	272	373	131	55	57
226	59	48	69	84	114	289	240	79	80
227	46	64	51	45	60	69	166	82	56
228	53	58	62	49	68	74	85	78	54
	184	185	186	187	188	189	190	191	192
207	68	64	80	84	64	52	67	71	70
208	76	89	86	94	88	81	94	89	100
209	65	79	115	176	100	77	62	53	64
210	79	86	116	309	191	88	82	79	73
211	72	71	73	188	216	98	71	58	66
212	61	56	82	123	190	121	84	77	55
213	64	68	68	82	119	102	73	66	71
214	68	72	78	82	89	92	74	72	83
215	56	62	50	62	66	61	58	68	83
	236	237	238	239	240	241	242	243	244
150	44	37	40	44	45	36	35	32	32
151	40	47	45	58	51	51	45	40	41
152	39	54	95	105	72	40	45	26	32
153	57	136	1075	830	382	150	54	39	40
154	55	120	1773	3076	1895	512	98	37	32
155	57	62	319	801	888	890	286	65	32
156	45	41	58	64	139	334	249	54	46
157	49	36	50	49	59	56	62	42	38
158	32	35	48	38	28	39	33	34	45

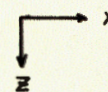


Рис. 7. Области вблизи отражений от кристалла трансаминазы.

камеры, локальных изменений параметров амплитудной дискриминации/ приводят к неодинаковым результатам измерения интегральной интенсивности дифракционных пучков в различных участках пропорциональной камеры.

При засвечивании камеры удаленным источником излучения от изотопа ^{55}Fe регистрируется суммарный эффект, вызванный упомянутыми выше причинами. Среднее квадратичное отклонение числа импульсов, накопленных в вертикальных рядах каналов с одинаковой координатой X, составило $\sigma_X = 2\%$, а в горизонтальных рядах каналов с одинаковым Z - $\sigma_Z = 4\%$.

Измерение в $3 \times 3 = 9$ каналах интегральной интенсивности первичного пучка CuK_α , перемещаемого по камере от 28 до 198 канала по Z путем наклона на угол μ трубки с монохроматором привело к ошибке $\pm 1\%^{1/2}$. Изменение эффективности при наклоне пучка компенсировалось соответствующим изменением поглощения в воздухе

/ R = 275 мм/, а другие источники неоднородности эффективности оказались несущественными.

Таким образом, неоднородность счета в каналах при засветке источником ^{55}Fe обусловлена неоднородностью ширины каналов. К такому же выводу пришли авторы работы^{/8/}, сопоставляя неоднородность счета в каналах и дифференциальную нелинейность. Неоднородность счета в каналах можно также рассчитать, интегрируя кривые разрешения.

Для правильного измерения интегральной интенсивности: отражений площадь группы каналов, в которых суммируются накопленные события, должна быть больше площади дифракционного пятна, то есть число каналов в группе не бывает практически меньше чем 3×3 ; σ_x и σ_z уменьшаются соответственно в $\sqrt{3}$ и более раз. Пик и фон измерялись в одних и тех же каналах^{/10,12/}. При использовании такой методики ошибки из-за неоднородности ширины каналов несущественны. Это подтверждается измерениями интегральной интенсивности при перемещении пучков относительно камеры и определением расходимости эквивалентных отражений, измеряемых в различных местах камеры. Введение поправки по числу импульсов, накопленных в каналах при равномерной засветке^{/11/}, неприемлемо в случае, когда интенсивность может заметным образом изменяться в пределах канала. Например, очевидно, что при измерении интегральной интенсивности пучка, более узкого, чем площадь канала, введение такой поправки приведет не к уменьшению, а к увеличению ошибки.

8. РЕЗУЛЬТАТЫ СЪЕМКИ КРИСТАЛЛОВ БЕЛКОВ

Съемка кристаллов нативного леггемоглобина и его производных с разрешением 1,8 Å при скоростях вращения кристалла 0,3° и 0,6° в минуту показала, что соответственно за 20 и 10 часов были получены массивы из 27000 отражений. То есть производительность прибора в 2,5 раза выше, чем в координатном дифрактометре с мозаичным цилиндрическим детектором^{/7/}, и в 50 раз выше, чем в одноканальном наклонном дифрактометре. Помимо двух эталонных массивов нативного леггемоглобина было получено 4 массива с разрешением 1,8 Å при скорости вращения кристалла 0,6° в мин для исследования структуры нестабильных комплексов этого белка. При съемке кристаллов нативного леггемоглобина с разрешением 3 Å фактор

расходимости по эквивалентным отражениям $R_{\text{экр}} = \frac{\sum_{hkl} |I_1 - I_2|}{\sum_{hkl} |I_1 + I_2|}$ составил 4-6%, $R_{\text{стат.}} = \frac{\sum_{hkl} \sigma_{\text{стат.}}}{\sum I} = 3 \div 4\%$, при повторении съемки $R_{\text{воспр.}} =$

$= 2,5\%$. При съемке кристалла трансаминазы с разрешением 2,7 Å при скорости вращения кристалла 0,08° в минуту за 40 часов получен массив из 50 000 отражений, для которого $R_{\text{экр}} = 8\%$, $R_{\text{стат.}} = 7\%$, $R_{\text{воспр.}} = 5\%$.

9. ВЫВОДЫ

1. Образование лавин на двух соседних анодных проволочках при конверсии фотона в промежутке между этими проволочками приводит к улучшению пространственного разрешения по направлению, перпендикулярному анодным нитям. Второй источник улучшения разрешения - уменьшение величины отношения толщины камеры к размерам входного окна.

2. Из эксперимента на монокристаллах различных белков и расчетным путем установлено, что интегральная интенсивность отражений может быть измерена с достаточной точностью при интегрировании в группе из $p \times m$ каналов, где p и m не превышают 5 на краях камеры.

3. При изменении расстояния образец - детектор от 300 до 750 мм предельный период решетки исследуемого кристалла a_{max} изменяется от 90 до 180 Å, а разрешение съемки d_{min} - от 1,6 до 3,5 Å. Число измеряемых порядков изменяется от 56 до 52.

4. При измерении пика и фона в одних и тех же каналах ошибки в измерении интегральных интенсивностей из-за неоднородности ширины каналов несущественны.

5. Высокое пространственное разрешение позволило получить высокую скорость съемки при соответствующем сокращении дозы облучения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Arndt U.W., Ambrose B.K. IEEE Trans.Nucl.Sci., 1968, NS-15, No.3, p.92-94.
2. Thomas R. et al. Acta Crystallogr., 1969, A25, p.369.
3. Cork C. et al. Journ.Appl.Crystallogr., 1974, 7, No.3, p.319-323.
4. Вайнштейн Б.К. и др. Кристаллография, 1975, 20, № 4, с.829-836.
5. Хейкер Д.М. Кристаллография, 1978, 23, № 6, с.1288-1302. /Обзор/.
6. Xuong N.H. et al. Acta Crystallogr., 1978, A34, p.289-296.
7. Агеев О.И. и др. Кристаллография, 1981, 26, № 3, с.451-457.
8. Хейкер Д.М. и др. ДАН СССР, 1981, 258, № 4, с.875-879.
9. Куранова И.П. и др. Биоорганическая химия, 1982, 8, № 6, с.981-995.
10. Hamlin R. et al. Journ.Appl.Crystallogr., 1981, 14, p.85-93.
11. Мокульская Т.Д. и др. Кристаллография, 1982, 27, № 4, с.775-784.

12. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-81-426, Дубна, 1981.
13. Kahn R. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1980, 172, p.337-344.
14. Анисимов Ю.С. и др. Кристаллография, 1981, 26, № 6, с.1305-1311.
15. Anisimov Yu.S. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1981, 179, p.503-507.
16. Faruqi A.R. Journ. of Phys. E: Sci. Instrum., 1975, 8, p.633-635.
17. Hashizume N. et al. A Multi-Wire Proportional Detector System for High Time-Resolution X-Ray Diffraction. Ann. Report of the Eng. Res. Inst., Faculty of Eng., University of Tokyo, 1975, 34, p.227.
18. Jeavons A.P. et al. IEEE Trans. on Nucl. Sci., 1976, vol. NS-23, No.1, p.259.

Рукопись поступила в издательский отдел
4 марта 1983 года.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

D3-11787	Труды III Международной школы по нейтронной физике. Алушта, 1978.	3 р. 00 к.
D13-11807	Труды III Международного совещания по пропорциональным и дрейфовым камерам. Дубна, 1978.	6 р. 00 к.
	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
D1,2-12036	Труды V Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1978	5 р. 00 к.
D1,2-12450	Труды XII Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Приморско, НРБ, 1978.	3 р. 00 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
D11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
D4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
D4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
D2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
D10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
D1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 60 к.
D17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
D1,2-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
P18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
D2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
D9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
D3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

**ТЕМАТИЧЕСКИЕ КАТЕГОРИИ ПУБЛИКАЦИЙ
ОБЪЕДИНЕННОГО ИНСТИТУТА ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Индекс	Тематика
1.	Экспериментальная физика высоких энергий
2.	Теоретическая физика высоких энергий
3.	Экспериментальная нейтронная физика
4.	Теоретическая физика низких энергий
5.	Математика
6.	Ядерная спектроскопия и радиохимия
7.	Физика тяжелых ионов
8.	Криогеника
9.	Ускорители
10.	Автоматизация обработки экспериментальных данных
11.	Вычислительная математика и техника
12.	Химия
13.	Техника физического эксперимента
14.	Исследования твердых тел и жидкостей ядерными методами
15.	Экспериментальная физика ядерных реакций при низких энергиях
16.	Дозиметрия и физика защиты
17.	Теория конденсированного состояния
18.	Использование результатов и методов фундаментальных физических исследований в смежных областях науки и техники
19.	Биофизика

Заневский Ю.В. и др. 18-83-109
 Пространственное разрешение координатного дифрактометра КАРД-3 с плоской пропорциональной камерой

Анализируются основные параметры координатного рентгеновского дифрактометра КАРД-3 с плоской двухкоординатной пропорциональной камерой со съемом сигналов с катодных линий задержки: максимально доступный для исследований период решетки кристаллов, угловое разрешение съемки и степень ускорения дифрактометрического эксперимента с монокристаллами макромолекул. Рассмотрены факторы, определяющие пространственное разрешение дифрактометра и точность измерения интегральных интенсивностей.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Zanevsky Yu.V. et al. 18-83-109
 Spatial Resolution of Coordinate Diffractometer KARD-3 with a Flat MWPC

The spatial resolution, one of the main parameters of coordinate diffractometer KARD-3 consisting of a flat two-coordinate proportional chamber with delay line readout is analysed. Limiting possibilities of the diffractometer are determined: maximum size of a crystal unit cell, angular readout resolution, and the factor of accelerating a diffractometric experiment with single crystals of macromolecules. Factors are considered which determine the spatial resolution of the diffractometer: angular and linear resolution of the proportional chamber versus the incidence angle of beams and divergence of diffracted rays. The effect is discussed of the inhomogeneity of the channel width on the accuracy in measuring integral intensity.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR, Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой.