



сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

2386/83

10/5-83

18-83-48

М.Е. Андрианова, А.Н. Попов, Д.М. Хейкер,
Ю.В. Заневский, А.Б. Иванов,
В.Д. Пешехонов, С.П. Черненко

АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА СБОРА ДАННЫХ
НА БАЗЕ ДВУМЕРНОГО ДЕТЕКТОРА
ДЛЯ СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА
МОНОКРИСТАЛЛОВ БЕЛКОВ

1983

Описываемая система сбора данных для анализа монокристаллов белков предназначена для получения полного набора интегральных интенсивностей в дифрактометрическом эксперименте с макромолекулярными монокристаллами - экспериментальной основой для определения атомно-кристаллической структуры. Параллельное измерение интенсивности одновременно возникающих дифрагированных лучей при исследовании биологических монокристаллов с большими периодами решетки 50-150 Å в координатных рентгеновских дифрактометрах с двумерными детекторами приводит к ускорению эксперимента более чем на порядок при таком же сокращении дозы облучения образца ^{/1,2/}. Это позволяет исследовать нестабильные объекты, уменьшать 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. Эффект ускорения пропорционален телесному углу, в котором одновременно регистрируется дифракционная картина, и угловому разрешению, то есть числу одновременно регистрируемых детектором отражений. Особенности настоящей системы, отличающие ее от ранее описанных ^{/3,4/}, заключаются в следующем:

1. Система рассчитана на использование автоматического рентгеновского детектора на основе многопроволочной плоской пропорциональной камеры /МПК/ высокого разрешения /с числом элементов пространственного разрешения, близким к 64 К/ с быстрыми ^{/5,6/} линиями задержки.
2. Система базируется на мини-ЭВМ, работает автономно в реальном масштабе времени, первичная обработка дифракционной картины совмещена во времени с накоплением следующей дифракционной картины.
3. Интегральная интенсивность и фон для каждого отражения измеряются в одной и той же группе элементов детектора в 5 последовательных интервалах поворота кристалла при непрерывном вращении кристалла в каждом интервале ^{/7/}. Эта методика, с одной стороны, исключает ошибку, вызванную неоднородностью размеров элементов разрешения рентгеновского детектора, а с другой - сокращает время, необходимое для сжатия первичной памяти, требующейся для хранения промежуточных результатов обработки.
4. Упрощение алгоритмов первичной обработки достигается также за счет высокой точности $\pm 0,03^\circ - 0,05^\circ$ экспериментального определения углов дифракции ^{/8/} и предсказания положения дифракционных пятен /исключение сдвигов детектора, коррекция геометрической нелинейности, уточнение матрицы ориентации кристалла UB в процессе измерений/.

5. В системе максимально использованы стандартные средства вычислительной техники /применение ОЗУ ЭВМ в качестве буфера, узлов процессора - в качестве инкрементного канала, интерфейса АСВТ-М 6000, интерфейса в стандарте КАМАК, операционной системы АСПО СМ-2, системной команды для разделения времени и т.д./ . Это позволило сократить сроки разработки.

КОНФИГУРАЦИЯ УПРАВЛЯЮЩЕГО ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА

Управляющий вычислительный комплекс состоит из двухпроцессорной мини-ЭВМ СМ-2 с объемом оперативного запоминающего устройства 96К 16-разрядных слов, внешней памяти на магнитных дисках /2 диска по 3 Мбайта каждый/, устройства ввода-вывода /символьный дисплей, быстрая печать/, канала связи с ЭВМ следующего уровня или магнитофона /рис.1/. ЭВМ сопряжена с дифрактометром несколькими каналами: поток информации с многопроволочной пропорциональной камеры поступает в оперативное запоминающее

устройство через согласующий блок и процессор I; угловой код с датчика угла поворота кристалла поступает в ЭВМ через дуплексный регистр и процессор II; управление электронной регистрирующей аппаратурой и телевизионным монитором производится процессором II через дуплексный регистр и контроллер крейта КАМАК; таким же образом передается в ТВ-монитор дифракционная картина, накопленная в буфере ОЗУ ЭВМ; управление гониометром осуществляется также процессором II через модуль кодового управления. В быстрой памяти процессора I /с циклом 300 нс/ сформирована специальная инкрементная микропрограмма-команда, которая за 4 мкс в ячейку ОЗУ с адресом XZ заносит единицу. Синхронизация работы процессора I в инкрементном режиме и электронной аппаратуры рентгеновского детектора производится с помощью блока сопряжения, передача ведется по асинхронному принципу^{19/}. Предельная скорость счета в дифрактометре составляет 250000 импульсов в секунду. Применение двух переключаемых время-цифровых преобразователей, быстрой разравнивающей памяти на 16 событий позволяет получить при предельной загрузке потери счета, равные 25%, определяемые разрешающим временем МПК. Быстрое программируемое арифметико-логическое устройство позволяет выбрать рабочую область МПК, поле в памяти ЭВМ, установить величину дискретизации запоминаемой дифракционной картины /256 x 256, 128 x 128 и т.д./ . Дифракционная картина, накопленная в памяти ЭВМ, показывается на экране черно-белого ТВ-монитора с 8 градациями яркости. Согласование быстродействия канала и стандартного ТВ-монитора производится с помощью запоминающего сканирующего устройства РЕР-500. Время вывода дифракционной картины размером 128 x 128 элементов на экран ТВ-монитора составляет 2 с. Сигналы, поступающие из ЭВМ в гониометр, включают и выключают затвор первичного пучка и шаговый двигатель привода, изменяют величину и направление скорости вращения кристалла.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Для разработки программ используется однопроцессорная дисковая операционная система реального времени системы АСПО СМ-2. При генерировании рабочая система определена как многозадачная, имеющая три раздела оперативной памяти по 32 Кслов в каждом, таймер с прерыванием 100 мс, драйверы устройств ввода-вывода и набор команд оператора. С применяемой версией операционной системы были скопированы разработанные прикладные программы и помещены в 0-й раздел; 1-й и 2-й разделы использовались для накопления дифракционной картины^{19/}.

В комплекс разработанных прикладных программ входят: набор специализированных драйверов дифрактометра; программы-тесты; программы предварительного этапа исследования;

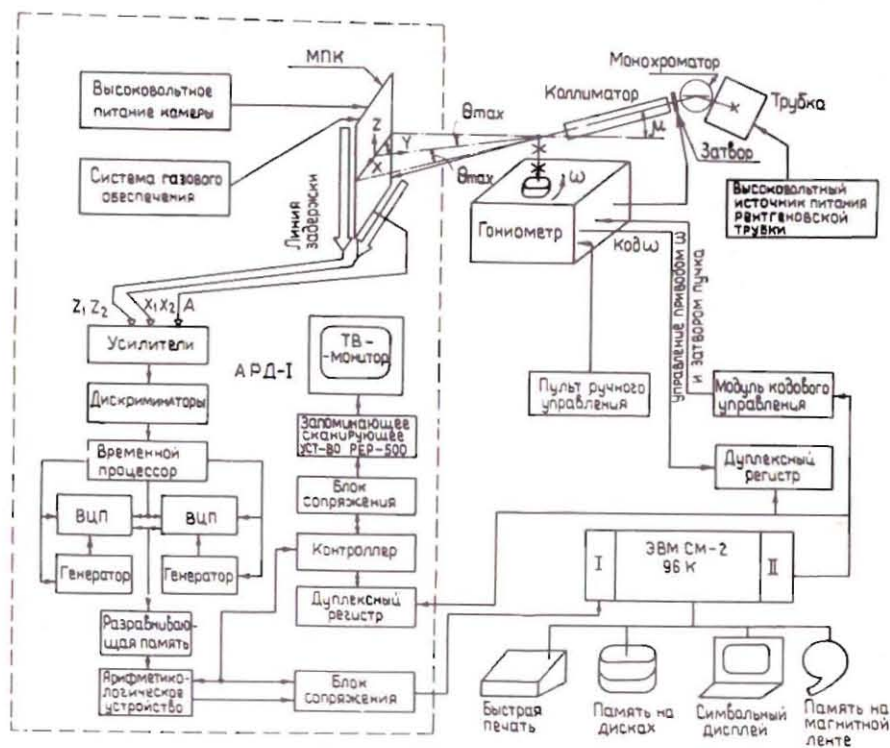


Рис.1. Блок-схема системы сбора данных. Пунктиром выделен автоматический рентгеновский детектор АРД-1^{18/}.

программы измерения интенсивностей;
программы первичной обработки и анализа результатов измерения.

Драйверы и небольшое число программ написаны на мнемокоде, основная часть программ - на фортране IV.

Для описываемой системы были разработаны следующие драйверы:

1/ драйвер арифметико-логического устройства и блока сопряжения с детектором, который осуществляет непосредственное управление накоплением дифракционной картины;

2/ драйвер блока сопряжения с системой визуализации, обеспечивающий передачу дифракционной картины из ОЗУ ЭВМ в РЕР-500 /и далее в ТВ-монитор/. Для каждой точки передаются координаты X, Z и яркость;

3/ драйвер гониометра, обеспечивающий установку заданного угла поворота кристалла ω или движение в заданном интервале $\Delta\omega$ вместе с накоплением дифракционной картины и управляющий механизмами гониометра;

4/ драйвер считывания датчика угла.

Программы-тесты были разработаны для проверки правильности функционирования МПК и определения ее основных параметров, а также проверки устройства визуализации.

Были разработаны:

1/ программа выдачи числа импульсов, накопленных в ячейках ОЗУ, на символьный дисплей или быструю печать;

2/ программа выдачи накопленной в ОЗУ картины на алфавитно-цифровой дисплей или быструю печать с использованием 16 символов;

3/ программа выдачи накопленной в ОЗУ картины на экран ТВ-монитора с 8 градациями яркости;

4/ программа вычисления в заданном наборе прямоугольных областей МПК среднего, минимального и максимального значений интенсивности, среднего квадратичного отклонения;

5/ тест-программа системы РЕР-500 - ТВ-монитор.

Программы предварительного этапа исследования предназначены для определения ориентировки кристалла и ее уточнения /юстировки/. Грубая ориентировка производится с помощью программы отображения на экране ТВ-монитора дифракционных картин неподвижного или вращающегося кристалла. Изображение обновляется каждые 2 с. Юстировка кристалла проводится с помощью специальной программы, которая периодически выдает на символьный дисплей или быструю печать число импульсов, накопленное в каждом из 9×9 каналов вблизи точки с заданными координатами X и Z , а также их сумму. Одновременно выдается интегральная интенсивность за вычетом фона, центроид и ширина на полувысоте профиля пучка. В комплекс программ предварительного этапа входят также программы получения кривых пропускания при вращении кристалла и измерения опорных интенсивностей анодного сигнала для последующего введения поправок на поглощение и дрейф.

Комплекс программ измерения интенсивностей включает в себя программу определения импульсов отражений hkl , появляющихся в заданных интервалах поворота кристалла, находящегося в исходной ориентировке /составление первичного списка hkl /; программу уточнения списка hkl на основе уточненной матрицы ориентации кристалла UB ; программу расчета координат X, Z дифракционных пятен; программу измерения дифракционной картины; программу суммирования числа импульсов вблизи центра рефлекса в группах $n \times m$ элементов детектора /программа свертывания дифракционной картины/; программу измерения интегральных интенсивностей и ошибок статистики с учетом фона; программу записи на диски и выдачи в канал связи. Все программы, за исключением программ составления первичного списка и выдачи в канал связи, работают в режиме реального времени и являются сегментами главной программы - программы измерения интегральных интенсивностей. Благодаря разделению программы получения списка индексов на два этапа оказывается возможным уточнять матрицу UB в реальном времени и корректировать изменения углов ориентировки кристалла или параметров элементарной ячейки в пределах 1%.

Комплекс программ первичной обработки и анализа результатов измерений состоит из программ, работающих в реальном времени: программ контроля за перекосом фона, учета дрейфа аппаратуры, анализа статистики ошибок, и программ офф-лайн: программ учета поглощения по Филипсу, учета множителя лоренц-поляризации, совмещения массивов, расчета фактора расходимости, изменения формата передаваемых данных.

ОРГАНИЗАЦИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕНИ В СИСТЕМЕ

Все программы комплексов измерения, обработки и анализа, работающие в реальном времени, выполняются одновременно с процессом накопления дифракционной картины в интервале углов поворота кристалла $\Delta\omega = 0,1^\circ \div 0,3^\circ$ /рис.2/.

Единственная программа, которая не совмещается по времени с процессом накопления дифракционной картины - это программа свер-

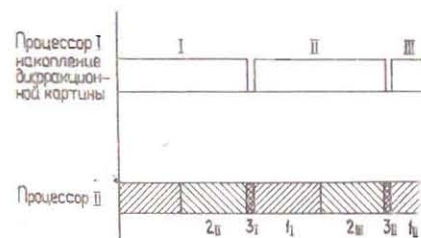


Рис.2. Диаграмма разделения времени. 1 - работа программ измерения интегральных интенсивностей и ошибок, первичной обработки и анализа для предыдущей дифракционной картины. 2 - работа программ уточнения списка hkl расчета X, Z -координат. 3 - работа программы свертывания дифракционной картины.

тивания дифракционной картины, однако длительность ее работы /1 с/ мала по сравнению с временем накопления дифракционной картины /1 ÷ 2 мин/. Разделение времени в системе между указанными операциями проведено на основе макрооперации вызова супервизора TURN. Что касается программ офф-лайн, то время их работы мало по сравнению с временем получения соответствующего набора данных и занимает не более 15% общего времени проведения эксперимента. Система была испытана при получении набора интегральных интенсивностей отражений от монокристаллов белка леггемоглобина /a = 92,25 Å, b = 38,31 Å, c = 52,15 Å, γ = 99°, B2/ с разрешением около 3 Å.

По интенсивностям 12000 отражений, связанным с симметрией, получен фактор расходимости

$$R_{SYM} = \frac{\sum |I_{hkl} - I_{h\bar{k}\bar{l}}|}{\sum |I_{hkl} + I_{h\bar{k}\bar{l}}|} = 4\%.$$

Воспроизводимость во времени результатов измерений равна

$$R_t = \frac{\sum |I_{hkl}^{t1} - I_{hkl}^{t2}|}{\sum |I_{hkl}^{t1} + I_{hkl}^{t2}|} = 2,5\%.$$

Сравнение полученного набора с набором интенсивностей этого же кристалла, измеренного на дифрактометре ДАР - УМБ /1/, дало

$$R_{MПК-ДАР} = \frac{\sum |I_{MПК} - k \cdot I_{ДАР}|}{\sum |I_{MПК} + k \cdot I_{ДАР}|} = 5\%.$$

ЛИТЕРАТУРА

1. Arndt U.W. Acta Crystallogr., 1968, B24, 10, p. 1355-1357.
2. Хейкер Д.М. Кристаллография, 1978, 23, №6, с. 1288-1302.
3. Xuong N.H. et al. Acta Crystallogr., 1978, A34, p. 289-296.
4. Мокульская Т.Д. и др. Препринт ИАЭ-3369/15, М., 1980.
5. Anisimov Yu.S. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1981, v. 179, p. 503.
6. Анисимов Ю.С. и др. Кристаллография, 1981, 26, №6, с. 1309-1315.
7. Вайнштейн Б.К. и др. Кристаллография, 1975, 20, №4, с. 829-836.
8. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-81-426, Дубна, 1981.
9. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-81-815, Дубна, 1981.

Рукопись поступила в издательский отдел
1 февраля 1983 года.

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

Андрианова М.Е. и др. 18-83-48
Автоматическая система сбора данных на базе двумерного детектора для структурного анализа монокристаллов белков

Описывается автоматическая система для рентгеноструктурного анализа монокристаллов белков. Система базируется на мини-ЭВМ SM-2 и автоматическом быстродействующем детекторе на основе плоской многопроволочной пропорциональной камеры высокого разрешения. Методика измерения интегральных интенсивностей исключает возникновение ошибки из-за неоднородности ширины канала детектора, сокращает время сжатия первичной информации и требуемую для хранения промежуточных результатов память. Упрощение алгоритмов первичной обработки достигается также за счет высокой точности экспериментального определения углов дифракции и предсказания положения дифракционных пятен.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ совместно с Институтом кристаллографии АН СССР.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Andrianova M.E. et al. 18-83-48
Automatic Data Acquisition System for X-Ray Structural Analysis of Protein Single Crystals Based on Two-Dimensional Detector

An automatic data acquisition system used for X-ray structural analysis of protein single crystals is described. The system is based on SM-2 mini-computer and a coordinate X-ray high resolution detector using a flat multi-write proportional chamber. The method for measuring X-ray intensity data eliminates errors due to unhomogeneity of detector channel width, reduces the primary data compression time and computer core memory needed for storage of intermediate results. Simplification of algorithms for primary processing is also achieved due to high accuracy of experimental determination of diffraction angles and of prediction of diffraction spots position.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR and the Institute of Crystallography, the USSR Academy of Sciences.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой.